



Influence de l'orientation cristalline sur les microstructures de déformation et l'adoucissement d'alliages Al-Mn

Adeline Albou

► To cite this version:

Adeline Albou. Influence de l'orientation cristalline sur les microstructures de déformation et l'adoucissement d'alliages Al-Mn. Autre. Ecole Nationale Supérieure des Mines de Saint-Etienne, 2010. Français. NNT : 2010EMSE0593 . tel-00609630

HAL Id: tel-00609630

<https://theses.hal.science/tel-00609630>

Submitted on 19 Jul 2011

HAL is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

NNT : 2010 EMSE 0593

THÈSE

présentée par

Adeline ALBOU

pour obtenir le grade de
Docteur de l'École Nationale Supérieure des Mines de Saint-Étienne

Spécialité : Sciences et Génie des Matériaux

INFLUENCE DE L'ORIENTATION CRISTALLINE SUR LES MICROSTRUCTURES DE DEFORMATION ET L'ADOUCCISSEMENT D'ALLIAGES AL-MN

soutenue à Saint-Etienne, le 16 décembre 2010

Membres du jury

Président :	Brigitte BACROIX	Directrice de Recherche, Université Paris 13
Rapporteurs :	Anne-Laure HELBERT	Maître de Conférence, Université Paris-Sud XI
	Leo KESTENS	Professeur, Gent University, Belgique
Examineur :	Roland LOGE	Chargé de Recherche, Mines ParisTech
Directeurs de thèse :	Claire MAURICE	Chargée de Recherche, ENSM-SE
	Julian DRIVER	Directeur de Recherche, ENSM-SE
Invité :	Jean-Marie FEPPON	Ingénieur R&D, Alcan CRV

Spécialités doctorales :

SCIENCES ET GENIE DES MATERIAUX
 MECANIQUE ET INGENIERIE
 GENIE DES PROCEDES
 SCIENCES DE LA TERRE
 SCIENCES ET GENIE DE L'ENVIRONNEMENT
 MATHEMATIQUES APPLIQUEES
 INFORMATIQUE
 IMAGE, VISION, SIGNAL
 GENIE INDUSTRIEL
 MICROELECTRONIQUE

Responsables :

J. DRIVER Directeur de recherche – Centre SMS
 A. VAUTRIN Professeur – Centre SMS
 G. THOMAS Professeur – Centre SPIN
 B. GUY Maître de recherche – Centre SPIN
 J. BOURGOIS Professeur – Centre SITE
 E. TOUBOUL Ingénieur – Centre G2I
 O. BOISSIER Professeur – Centre G2I
 JC. PINOLI Professeur – Centre CIS
 P. BURLAT Professeur – Centre G2I
 Ph. COLLOT Professeur – Centre CMP

Enseignants-chercheurs et chercheurs autorisés à diriger des thèses de doctorat (titulaires d'un doctorat d'État ou d'une HDR)

AVRIL	Stéphane	MA	Mécanique & Ingénierie	CIS
BATTON-HUBERT	Mireille	MA	Sciences & Génie de l'Environnement	SITE
BENABEN	Patrick	PR 1	Sciences & Génie des Matériaux	CMP
BERNACHE-ASSOLANT	Didier	PR 0	Génie des Procédés	CIS
BIGOT	Jean-Pierre	MR	Génie des Procédés	SPIN
BILAL	Essaïd	DR	Sciences de la Terre	SPIN
BOISSIER	Olivier	PR 1	Informatique	G2I
BOUCHER	Xavier	MA	Génie Industriel	G2I
BOUDAREL	Marie-Reine	PR 2	Génie Industriel	DF
BOURGOIS	Jacques	PR 0	Sciences & Génie de l'Environnement	SITE
BRODHAG	Christian	DR	Sciences & Génie de l'Environnement	SITE
BURLAT	Patrick	PR 2	Génie industriel	G2I
COLLOT	Philippe	PR 1	Microélectronique	CMP
COURNIL	Michel	PR 0	Génie des Procédés	SPIN
DAUZERE-PERES	Stéphane	PR 1	Génie industriel	CMP
DARRIEULAT	Michel	IGM	Sciences & Génie des Matériaux	SMS
DECHOMETS	Roland	PR 1	Sciences & Génie de l'Environnement	SITE
DESRAYAUD	Christophe	MA	Mécanique & Ingénierie	SMS
DELAFOSSÉ	David	PR 1	Sciences & Génie des Matériaux	SMS
DOLGUI	Alexandre	PR 1	Génie Industriel	G2I
DRAPIER	Sylvain	PR 2	Mécanique & Ingénierie	SMS
DRIVER	Julian	DR 0	Sciences & Génie des Matériaux	SMS
FEILLET	Dominique	PR 2	Génie Industriel	CMP
FOREST	Bernard	PR 1	Sciences & Génie des Matériaux	CIS
FORMISYN	Pascal	PR 1	Sciences & Génie de l'Environnement	SITE
FORTUNIER	Roland	PR 1	Sciences & Génie des Matériaux	SMS
FRACZKIEWICZ	Anna	DR	Sciences & Génie des Matériaux	SMS
GARCIA	Daniel	MR	Génie des Procédés	SPIN
GIRARDOT	Jean-Jacques	MR	Informatique	G2I
GOEURLOT	Dominique	MR	Sciences & Génie des Matériaux	SMS
GRAILLOT	Didier	DR	Sciences & Génie de l'Environnement	SITE
GROSSEAU	Philippe	MR	Génie des Procédés	SPIN
GRUY	Frédéric	MR	Génie des Procédés	SPIN
GUY	Bernard	MR	Sciences de la Terre	SPIN
GUYONNET	René	DR	Génie des Procédés	SPIN
HERRI	Jean-Michel	PR 2	Génie des Procédés	SPIN
INAL	Karim	PR 2	Microélectronique	CMP
KLÖCKER	Helmut	DR	Sciences & Génie des Matériaux	SMS
LAFOREST	Valérie	CR	Sciences & Génie de l'Environnement	SITE
LERICHE	Rodolphe	CR CNRS	Mécanique et Ingénierie	SMS
LI	Jean-Michel	EC (CCI MP)	Microélectronique	CMP
LONDICHE	Henry	MR	Sciences & Génie de l'Environnement	SITE
MALLIARAS	George Grégory	PR 1	Microélectronique	CMP
MOLIMARD	Jérôme	MA	Mécanique et Ingénierie	SMS
MONTHEILLET	Frank	DR 1 CNRS	Sciences & Génie des Matériaux	SMS
PERIER-CAMBY	Laurent	PR 2	Génie des Procédés	SPIN
PIJOLAT	Christophe	PR 1	Génie des Procédés	SPIN
PIJOLAT	Michèle	PR 1	Génie des Procédés	SPIN
PINOLI	Jean-Charles	PR 0	Image, Vision, Signal	CIS
STOLARZ	Jacques	CR	Sciences & Génie des Matériaux	SMS
SZAFNICKI	Konrad	MR	Sciences & Génie de l'Environnement	SITE
THOMAS	Gérard	PR 0	Génie des Procédés	SPIN
TRIA	Assia		Microélectronique	CMP
VALDIVIESO	François	MA	Sciences & Génie des Matériaux	SMS
VAUTRIN	Alain	PR 0	Mécanique & Ingénierie	SMS
VIRICELLE	Jean-Paul	MR	Génie des procédés	SPIN
WOLSKI	Krzysztof	DR	Sciences & Génie des Matériaux	SMS
XIE	Xiaolan	PR 1	Génie industriel	CIS

Glossaire :

PR 0	Professeur classe exceptionnelle
PR 1	Professeur 1 ^{ère} catégorie
PR 2	Professeur 2 ^{ème} catégorie
MA(MDC)	Maître assistant
DR	Directeur de recherche
Ing.	Ingénieur
MR(DR2)	Maître de recherche
CR	Chargé de recherche
EC	Enseignant-chercheur
IGM	Ingénieur général des mines

Dernière mise à jour le : 9 mars 2010

Centres :

SMS	Sciences des Matériaux et des Structures
SPIN	Sciences des Processus Industriels et Naturels
SITE	Sciences Information et Technologies pour l'Environnement
G2I	Génie Industriel et Informatique
CMP	Centre de Microélectronique de Provence
CIS	Centre Ingénierie et Santé

REMERCIEMENTS

Je souhaite tout d'abord remercier très sincèrement mes directeurs de thèse, Claire Maurice et Julian Driver, pour m'avoir fait confiance et soutenue au cours de ces trois années de doctorat. Merci à Claire pour m'avoir initiée à l'EBSM et merci à Julian pour sa rigueur scientifique et son expertise en métallurgie. J'ai également eu la chance de collaborer à la fin de ma thèse avec Andras Borbély, que je remercie très chaleureusement pour son enthousiasme et sa gentillesse. J'en profite également pour remercier le centre SMS de l'Ecole des Mines de Saint-Etienne de m'avoir accueillie.

Je tiens à remercier tous les membres de mon jury de thèse pour avoir bien accepté de juger mon travail, Anne-Laure Helbert et Leo Kestens pour avoir rapporté ma thèse, Brigitte Bacroix pour avoir présidé mon jury, et Roland Logé et Jean-Marie Feppon pour avoir montré de l'intérêt à mon travail.

Une partie de ma thèse a été financée par le projet franco-indien IFPCAR que je remercie pour m'avoir permis d'effectuer un séjour de 3 mois à IIT-Bombay. Merci au Pr. Samajdar pour m'avoir accueillie dans son laboratoire à Bombay, et à Shuma pour les « Curry » délicieux. Et un grand merci à tous mes collègues indiens, Ravi, Adhish, Priyangi, Ritwik, Shankho, Sahoo, Jain, Vijay, Ashmini, qui m'ont permis d'être rapidement intégrée et qui m'ont fait découvrir la culture indienne. Une belle pensée en souvenir de Swetha...

Si j'ai pu passer tant de bons moments au sein du laboratoire SMS, c'est grâce aux nombreux collègues à mes côtés, autant doctorants, que techniciens, qu'ingénieurs de recherche, que profs, que secrétaires ! Un grand merci à mon super collègue de bureau et ami Rémi, avec qui nous avons refait le monde plus d'une fois !

Je remercie mes nombreux amis doctorants pour leur amitié et leur soutien. Merci notamment aux précurseurs de mon travail de thèse Fabrice et Romain qui m'ont rendu le travail bien agréable et à mon successeur Adhish qui mettra à profit mes résultats expérimentaux. Une grande pensée à mes compagnons de route Laurent, Rémi, Chrystelle, Christophe, Anouar et Sandrine ; à ceux qui étaient là avant mon arrivée Quentin, Alban, Elodie, Muriel, Olivier, Adrien, Emmanuel, Rebecca et Bouchra ; et à ceux qui sont arrivés par la suite Nedjoua, André, Frédéric, Grégoire, Jean-Baptiste, Flavien, My-Thu, Mélanie, Nathalia et Ramin.

Les nombreuses heures passées au MEB n'auraient été pareilles sans la bonne humeur apportée par Paul et Sergio, et celles passées en métallographie sans les conseils avisés de Gilles et Prisca. Egalement, une spéciale dédicace à la belle brochette de techniciennes Marilyne, Prisca, Maud, Huguette, Séverine, Delphine, Claire et Annie qui m'ont tant aidée pour les préparations d'échantillons, les mesures de DRX, les essais méca et les analyses chimiques.

Merci à tous ceux que je n'ai pas pu citer mais qui se reconnaîtront pour tous les bons moments de travail ou de convivialité partagés !

Je garderai également un excellent souvenir de mon passage à Saint-Etienne. Entre les Monts du Pilat et Lyon, j'ai rencontré des personnes extraordinaires, qui m'ont tant appris ! Un grand merci à tous mes amis de NA à Lyon, à tous mes amis du SEL-Dorlay et à tous mes amis de la danse à Saint-Paul en Jarez !

Enfin, je ne peux terminer sans remercier toute ma famille, mes parents, ma sista powa et mon frérot, venus direct de Tanzanie pour ma soutenance, et mes amis les plus chers pour leurs encouragements et leur confiance. Et bien sûr, je ne remercierai jamais assez le destin d'avoir mis sur le chemin de Saint-Etienne celui qui m'a accompagné pendant ces dernières années et qui m'accompagnera encore et encore sur d'autres chemins... Merci à toi...

Abréviations

Short forms

SGA	Système de glissement activé	Active slip system
SGL	Système de glissement latent	Latent slip system
PCM	Plans de cisssion maximale	Maximum shear stress plane
\mathcal{R}_C	Repère associé au cristal	Crystal frame
\mathcal{R}_L	Repère de laminage	Rolling frame
DL	Direction de laminage	Rolling direction
DT	Direction transverse	Transverse direction
DN	Direction normale au plan de laminage	Normal direction to rolling plane
ρ	Densité de dislocation	Dislocation density
d	Taille des sous-grains	Subgrain size
σ	Contrainte d'écoulement	Flow stress
ε	Déformation vraie	True strain
H_V	Dureté	Hardness
$R_{(\sigma)}$	Fraction résiduelle de la contrainte d'écoulement	Residual fraction of flow stress
$R_{(H_V)}$	Fraction résiduelle de la dureté	Residual fraction of microhardness
MET	Microscope électronique en transmission	Transmission electron microscope
MEB	Microscope électronique en balayage	Scanning electron microscope
FEG	Canon à émission de champs	Field emission gun
EBSD	Diffraction des électrons rétrodiffusés	Backscattered electron diffraction
DRX	Diffraction des rayons X	X-ray diffraction
Q_{moy}	Orientation moyenne (à partir des données EBSD)	Mean orientation (from EBSD data)
$\delta\theta$	Angle de désorientation par rapport à Q_{moy}	Disorientation angle w.r.t. Q_{moy}
\underline{r}	Axe de rotation / désorientation	Rotation / disorientation axis
\underline{R}	Vecteur de Rodrigues	Rodrigues vector

SOMMAIRE

Abréviations / Short forms	1
I INTRODUCTION	7
II BIBLIOGRAPHIE	11
1. Microbandes de Déformation.....	11
1.1. Description de la microstructure	11
1.2. Propriétés mécaniques et microstructures	12
1.2.1. Stades d'écrouissage	12
1.2.2. Théorie LEDS	14
1.3. Microbandes de petite et moyenne déformation – Controverse.....	15
1.3.1. Analyse I : Microbandes alignées sur les plans de cisssion maximale.....	15
1.3.2. Analyse II : Microbandes alignées sur les plans cristallographiques.....	18
1.3.3. Synthèse de la controverse	21
1.4. Microstructures de grande déformation	22
2. La Restauration	23
2.1. Force motrice de la restauration	23
2.1.1. Energie stockée	23
2.1.2. Restauration de l'énergie stockée.....	25
2.2. Mécanismes	27
2.2.1. Restauration des dislocations	27
2.2.2. Croissance par migration des sous-joints	28
2.3. Modélisation.....	30
2.3.1. Paramètres expérimentaux de la restauration.....	30
2.3.2. Modèles analytiques	31
3. Germination de la Recristallisation	38
3.1. Débats sur l'origine de la texture Cube de recristallisation.....	38
3.2. Présence de Cube en très grande déformation	40
4. Objectif du Travail de Thèse.....	44
III TECHNIQUES EXPERIMENTALES.....	47
1. Introduction aux textures	47
2. Matériaux.....	48
2.1. Alliages d'aluminium.....	49
2.2. Monocristaux Laiton, Goss et S	50
2.3. Polycristaux	51
3. Traitements thermomécaniques.....	52
3.1. Compression plane type <i>Channel-Die</i>	52
3.2. Recuits expérimentaux	53

3.2.1. Bain de sel	53
3.2.2. Recuits ex-situ	54
4. Techniques de Caractérisation.....	54
4.1. Préparation des échantillons	54
4.2. Microdureté	55
4.3. MEB-EBSD.....	56
4.4. Analyse des profils des pics de DRX	57
5. Analyse de la structure des microbandes.....	59
5.1. Cartographies EBSD spécifiques	59
5.1.1. Calcul de l'orientation moyenne	59
5.1.2. Axes de désorientation r	60
5.1.3. Vecteurs de Rodrigues R.....	61
5.1.4. Intérêt pour monocristaux stables en laminage	62
5.1.5. Problèmes potentiels	63
5.2. Analyse des parois des microbandes	64
5.2.1. Calcul de la trace des plans	64
5.2.2. Incertitude de l'alignement des microbandes	65
IV EVOLUTION DES MICROSTRUCTURES DE DEFORMATION	67
1. Caractérisation des microbandes.....	67
1.1. Systèmes de glissement activés et plans de cisssion maximale.....	68
1.2. Complémentarité MET / EBSD	70
1.3. Structure tridimensionnelle des microbandes.....	71
2. Influence de l'orientation cristalline – Monocristaux Al-0,1%Mn.....	72
2.1. Comportement mécanique.....	72
2.2. Orientation Laiton	73
2.3. Orientation Goss.....	76
2.4. Orientation S	79
2.5. Microstructures comparées.....	81
3. Influence du soluté – Monocristaux Al-Mn d'orientation Laiton.....	84
3.1. Comportement mécanique.....	84
3.2. Evolution de la désorientation.....	85
3.3. Microstructure de petites et moyennes déformations.....	86
3.3.1. Structure en échiquier.....	87
3.3.2. Section DL-DT	88
3.3.3. Axes de désorientation	89
3.4. Microstructure en grande déformation	91
3.5. Evolution de l'alignement des microbandes	94
4. Microbandes – Monocristaux Ni.....	95
5. Discussion.....	97
5.1. Résultats comparés aux données publiées.....	97
5.1.1. Aluminium pur	97
5.1.2. Alliages d'aluminium.....	98
5.2. Mécanismes de transformation des microstructures	100
6. Conclusions	102

V	RESTAURATION DE MONOCRISTAUX DEFORMES A $\epsilon = 2,3$	105
1.	Evolution de l'Adoucissement	105
1.1.	Microdureté	106
1.2.	Fraction résiduelle de microdureté $R_{(Hv)}$	108
1.3.	Résumé des résultats	110
2.	Evolution Microstructurale	110
2.1.	Evolutions comparées des microstructures restaurées	110
2.2.	Monocristaux Laiton	114
2.3.	Monocristaux Goss	116
2.4.	Monocristaux S	119
2.5.	Résumé des résultats	119
3.	Evolution des pics de DRX : Goss / Laiton	121
3.1.	Choix du vecteur de diffraction [220]	121
3.2.	Evolution de l'élargissement des pics de diffraction	123
3.3.	Evolution de la densité de dislocations	125
3.4.	Evolution de la taille des domaines cohérents	126
3.5.	Résumé des résultats	127
4.	Discussion	127
4.1.	Restauration de type « L »	128
4.2.	Restauration type « G »	129
4.3.	Mécanisme envisagé pour la restauration	130
5.	Conclusions	134
VI	GERMINATION DANS DES POLYCRISTAUX	135
1.	Germination de la texture Cube	135
1.1.	Evolution d'une texture locale par DRX	135
1.2.	Corrélation directe Microstructure déformée / après recuit	136
2.	Fragments Cube intragranulaires	138
3.	Fragments Cube intergranulaires	140
3.1.	Mise en évidence dans l'état déformé	140
3.2.	Corrélation état déformé/recuit	141
4.	Discussion	144
4.1.	Grains Cube intergranulaires : Efficacité de la germination	145
4.2.	Stabilité thermodynamique	146
5.	Conclusion	147
VII	CONCLUSION GENERALE ET PERSPECTIVES	149
Annexe A	Energie des dislocations	153
Annexe B	Description des orientations cristallines et des textures	154
Annexe C	Méthode de calcul de la trace des plans	159
	Références bibliographiques	161

I INTRODUCTION

De tout temps, les forgerons ont su habilement maîtriser l'art de la forge, grâce à leur savoir-faire acquis après de nombreuses années de pratique. La forge, en plus d'être un procédé de mise en forme à chaud, n'est rien d'autre que le contrôle des propriétés mécaniques des métaux et de leurs alliages par des cycles de déformations plastiques, de recuits et de trempes successifs (Figure I-1).



Figure I-1 : Forge du XVII^{ème} siècle d'après le traité de métallurgie *De Re Metallica* [Agricolae 1621].

Avec l'ère de l'industrialisation et les avancées technologiques de ces cinquante dernières années, les exigences en terme de propriétés mécaniques et physiques des alliages sont toujours croissantes. Mais aujourd'hui, à la différence de nos ancêtres, il est indispensable de comprendre les évolutions microstructurales afin de pouvoir les maîtriser et d'assurer les propriétés souhaitées. Les microstructures dépendent des propriétés physiques des métaux (cristallographie, énergie de faute d'empilement, métaux purs ou alliés, avec ou sans

précipités, etc.) et des procédés de mise en forme (mode, température, vitesse et taux de déformation, etc.).

Dans le cadre de notre étude, nous nous intéresserons particulièrement à la relation entre les microstructures de tôles laminées à froid et l'adoucissement post-déformation. L'adoucissement est caractérisé par les phénomènes de la restauration et/ou de la recristallisation. Les relations entre les microstructures déformées, restaurées et recristallisées sont schématisées sur la Figure I-2. La restauration est un processus thermiquement activé qui stabilise une microstructure hors équilibre et qui conduit à l'adoucissement du matériau. Elle se distingue de la recristallisation car elle ne génère pas de nouveaux grains et la texture est conservée.

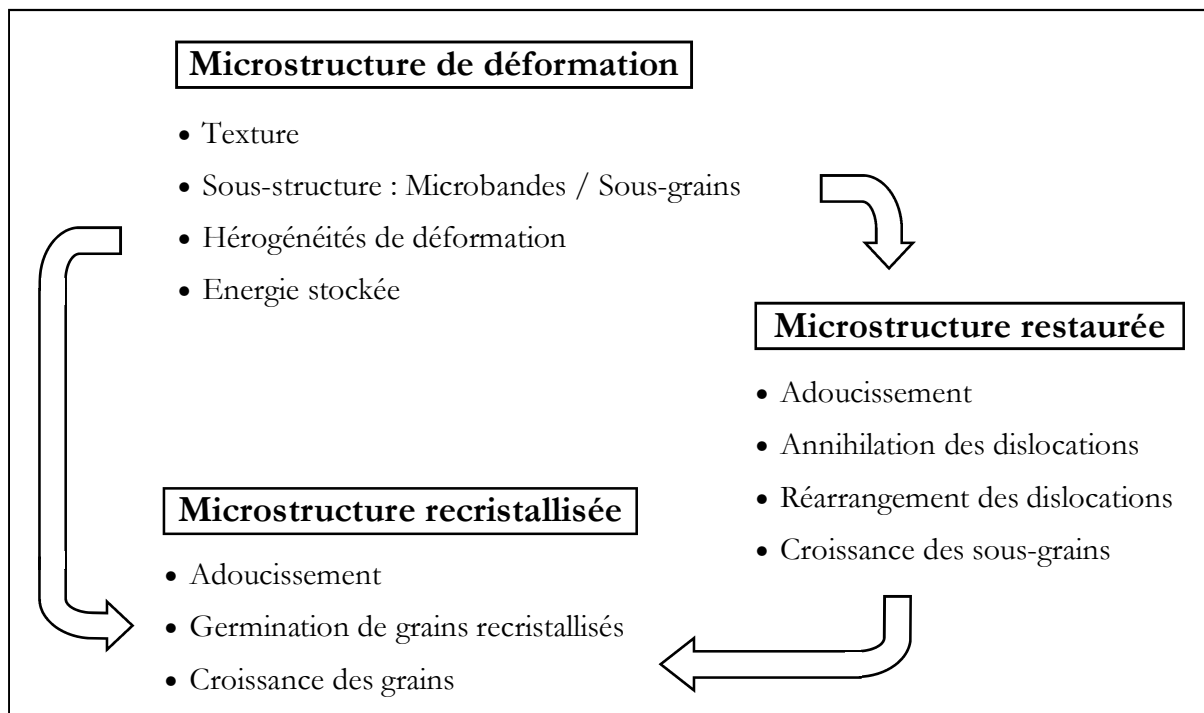


Figure I-2 : Relation entre les microstructures de déformation et les mécanismes d'adoucissement.

Au niveau industriel, la prédiction de l'adoucissement est un enjeu majeur. Par exemple, l'industrie des boîtes boisson et des échangeurs thermiques (alliages Al-Mn de la série 3xxx) est directement concernée. Les tôles sont laminées à froid et sont ensuite bobinées (voir Figure I-3). L'échauffement généré par la déformation plastique va favoriser les mécanismes de restauration et une évolution des propriétés mécaniques de la tôle. L'enjeu est alors de prévoir les propriétés mécaniques des tôles au cœur et en peau de la bobine, où les vitesses de refroidissement sont différentes.



Figure I-3 : Problématique de la restauration de tôles laminées à froid.

Les évolutions des propriétés mécaniques au cours de recuits ont été largement étudiées. Cependant, cela ne suffit pas et la plus grande difficulté pour étudier la restauration est le manque crucial de données expérimentales sur les évolutions microstructurales. En effet, l'évolution de l'arrangement des dislocations ou de la croissance des sous-grains sont difficilement quantifiables par les outils de caractérisation, tels que les microscopes électroniques en transmission (MET) et à balayage (MEB). En revanche, les récentes avancées technologiques du MEB à émission de champs (FEG) couplées à la technique de diffraction des électrons rétrodiffusés (EBSD) permettent une analyse fine des microstructures de déformation sur une large zone d'analyse. Par le développement d'une méthode de détections des sous-grains (SRM), [Barou 2007] a ainsi pu quantifier précisément la croissance de sous-grains au cours de recuits modérés dans des alliages modèles Al-Mn déformés à $\varepsilon=1,6$. [Barou et al. 2009-a] ont alors montré que la croissance des sous-grains peut être différente selon les orientations cristallines.

L'objectif principal de mon travail de thèse est d'éclaircir l'influence de l'orientation cristalline sur les mécanismes de la restauration. Pour ce faire, il nous est apparu indispensable de bien caractériser les microstructures de l'état déformé, sources de l'énergie stockée et donc de la force motrice pour la restauration. Cette étude se situe dans la continuité des travaux de thèse de [Lens 2004] et de [Barou 2009-b].

Ce travail de thèse est avant tout expérimental. Nous tenterons de caractériser les transformations microstructurales qui s'opèrent au cours de la déformation plastique en compression plane type *Channel-Die* et au cours de recuits modérés post-déformation. Les alliages modèles Al-Mn ont été choisis pour notre étude expérimentale, se rapprochant ainsi des alliages de la série 3xxx. De plus, au niveau industriel, les tôles laminées à froid en grande déformation présentent des textures de laminage caractéristiques, typiquement autour des orientations idéales S, Cuivre et Laiton. Ceci a motivé notre choix d'étudier des monocristaux stables en laminage, afin de pouvoir observer des microstructures en grande déformation et leur comportement au cours de la restauration. Les caractérisations microstructurales ont été principalement réalisées avec la technique EBSD couplée à un MEB-FEG.

Le manuscrit s'articule autour de trois axes principaux, que sont les microstructures déformées et restaurées et la germination de la recristallisation.

- Chapitre § II : La revue bibliographique est consacrée aux observations et aux modèles établis concernant les microstructures de déformation, la restauration et la germination de la recristallisation dans des alliages cubiques à faces centrées de haute et moyenne énergie de faute d'empilement.

- Chapitre § III : Cette partie présente les alliages étudiés et les techniques expérimentales utilisées. Nous détaillerons également l'élaboration des cartographies EBSD spécifiques des axes de désorientation et des vecteurs de Rodrigues qui ont servi à l'analyse des microstructures.

- Chapitre § IV : L'influence de l'orientation cristalline sur l'évolution des microstructures de déformation sera étudiée à l'aide de monocristaux d'orientation Laiton, Goss et S. Un intérêt particulier est porté sur les structures des microbandes, qui ont un effet significatif sur le durcissement, l'anisotropie et les mécanismes d'adoucissement. Nous tenterons alors de répondre à une controverse sur la nature de leurs alignements aux petites et moyennes déformations.

- Chapitre § V : L'influence de l'orientation cristalline sur la restauration sera étudiée à l'aide de monocristaux Laiton, Goss et S déformés en grande déformation et recuits en bain de sel. La grande limitation pour l'étude de la restauration consiste en la difficulté d'observer l'évolution microstructurale. C'est pourquoi trois méthodes d'analyse complémentaires ont été utilisées, telles que la microdureté Vickers, l'EBSD et les mesures de l'élargissement des profils des pics de DRX. Cette dernière méthode est apparue particulièrement adaptée pour évaluer l'évolution de la densité de dislocations et de l'arrangement des dislocations. Par l'étude de la microstructure de déformation des monocristaux, la compréhension de la genèse des microstructures nous permettra alors de caractériser quelques paramètres importants qui contrôlent la restauration.

- Chapitre § VI : La troisième partie expérimentale consiste en l'étude de la germination de la recristallisation dans des polycristaux laminés en grande déformation. Nous nous sommes alors intéressés à l'orientation Cube, qui correspond à la principale texture de recristallisation des alliages d'aluminium.

- Chapitre § VII : Une conclusion générale du travail de thèse sera présentée ainsi que quelques perspectives pour des travaux futurs.

II BIBLIOGRAPHIE

1. MICROBANDES DE DEFORMATION

Les microstructures de déformation de métaux cfc, comme l'aluminium et le cuivre, sont essentiellement composées de dislocations plus ou moins structurées, d'abord en enchevêtrements, puis en cellules et finalement en microbandes. Ces structures ont un effet significatif sur le durcissement, l'anisotropie et les mécanismes d'adoucissement ultérieur. Récemment, un effort particulier a été entrepris pour déterminer les caractéristiques microstructurales des microbandes avec pour objectif la modélisation de leur développement au cours de la déformation plastique et après recuits. Si de nombreuses observations ont permis de bien caractériser les microstructures en petites déformations, les microbandes ont suscité de vives controverses, notamment sur la nature de leurs alignements dans les alliages d'aluminium déformés en compression plane.

1.1. Description de la microstructure

Aux très faibles déformations apparaissent très vite des enchevêtrements de dislocations, sans arrangement particulier. A des déformations plus importantes, la structure peut se subdiviser en cellules à l'intérieur des grains, arrangées en blocs ou en bandes. Une microstructure de déformation caractéristique est présentée dans la Figure II-1. En général les parois sont allongées et quasiment périodiques, riches en dislocations et caractérisées par un espacement, une densité de dislocations, une inclinaison, une désorientation, etc. Elles sont aussi nommées parois denses en dislocations ou parois géométriquement nécessaires (GDBs). Ces blocs ou bandes peuvent se déformer alternativement selon certains systèmes de glissement activés prévus par le critère de Taylor (pas nécessairement l'ensemble des systèmes activés). Lorsque ces bandes sont bien formées, elles sont appelées microbandes [Bay *et al.* 1992-*a*]. A l'intérieur de ces microbandes existent toujours des cellules ou sous-grains. Certains auteurs nomment également parois incidentes de dislocation (IDBs) les fines parois de dislocations positionnées dans le sens transverse de la bande.

Pour des déformations supérieures ($\epsilon > 0,3-0,5$) peuvent apparaître des bandes secondaires (bandes S), des bandes de micro-cisaillement ou bien encore des bandes de transition. Une structure lamellaire, alignée selon le plan de compression, est très souvent observée dans les microstructures de grande déformation.

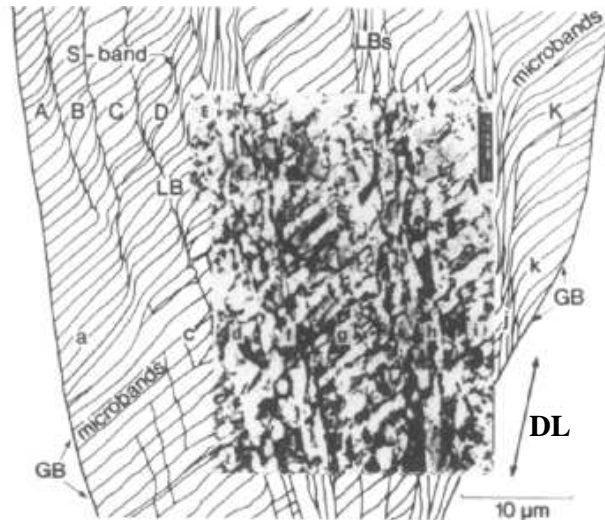


Figure II-1 : Schéma et micrographie MET d'une microstructure de déformation caractéristique (Al99,996% laminé à $\epsilon = 1,4$) comportant des microbandes, des structures lamellaires (LB) et des bandes S, ainsi que des joints de grain (GB). [Rosen et al. 1995]

1.2. Propriétés mécaniques et microstructures

La déformation plastique à froid ($T < 0,3T_f$) des métaux cfc de haute et moyenne énergie de faute d'empilement (γ_{SFE}), comme l'aluminium et le cuivre, s'opère par le glissement des dislocations sur les systèmes de glissement activés $\{111\}\langle 110 \rangle$. Il est maintenant bien accepté que des glissements non-octahédraux sont également possibles à des températures de déformation plus élevées [Bacroix et Jonas 1988] [Maurice et Driver 1993] [Caillard et Martin 2009]. L'accumulation des dislocations (et leurs interactions) va durcir le matériau au cours de la déformation et l'on distingue généralement quatre stades d'écrouissage. Leurs microstructures résultantes sont alors différentes.

1.2.1. Stades d'écrouissage

Les stades d'écrouissage sont définis grâce aux courbes de contrainte/déformation et à l'évolution des taux d'écrouissage, schématisées dans la Figure II-2 [Nes 1998].

Au stade I ($\epsilon < 0,05$), la multiplication des dislocations commence à durcir le matériau. Au stade II, caractérisé par un taux d'écrouissage constant très élevé, apparaît une forêt de dislocations due à l'intersection des dislocations des différents systèmes activés. Ensuite, au stade III, le taux d'écrouissage décroît linéairement. La microstructure de déformation devient

de plus en plus fine. Au stade IV, caractéristique des grandes déformations, un pallier d'écrouissage est atteint.

Pour l'Aluminium, à température ambiante, et aussi longtemps que la montée des dislocations est négligeable, les microstructures résultantes ne dépendent pas ou peu de la vitesse de déformation.

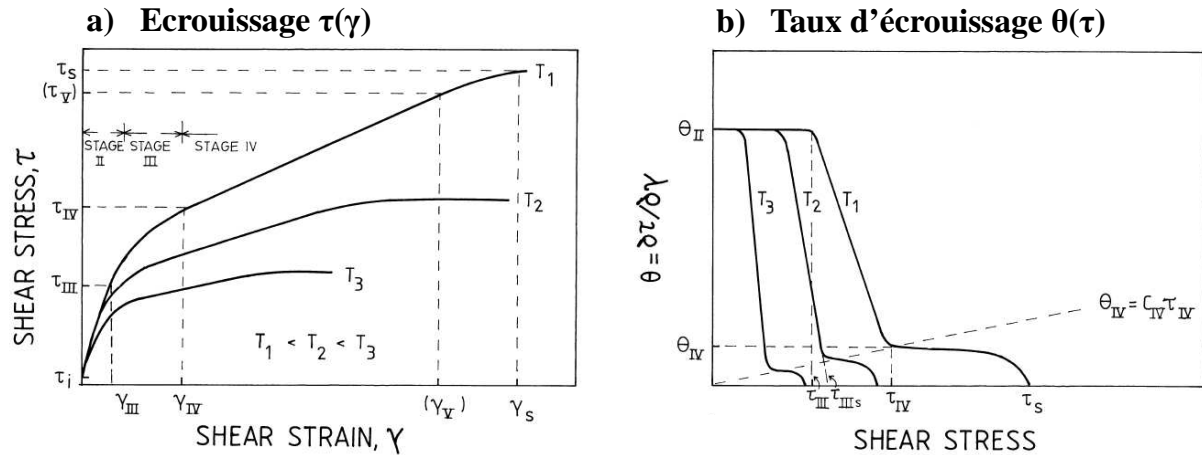


Figure II-2 : Stades d'écrouissage de II à IV définis sur les courbes contrainte/déformation (a) et sur l'évolution des taux d'écrouissage (b). [Nes 1998]

Le taux d'écrouissage peut être décrit par la densité de dislocations. Par un traitement statistique sur l'origine des désorientations au niveau des parois de dislocations, [Pantleon 1998] utilise un modèle basé sur une accumulation aléatoire des excès de dislocations (les flux de dislocations peuvent fluctuer, conduisant localement à un excès de dislocations d'un vecteur de Burgers particulier que la restauration dynamique ne peut pas annihiler). [Pantleon 2004] propose ainsi une modélisation de l'écrouissage des stades III et IV en incorporant les excès de dislocations et les désorientations à la densité de dislocations. Ceci expliquerait notamment la formation des parois incidentes de dislocations (par une accumulation aléatoire des dislocations) et des parois géométriquement nécessaires (par une contribution déterministe selon les différences entre les systèmes de glissement activés de part et d'autre de la paroi de dislocations). La transition entre les stades III et IV d'écrouissage serait alors une transition d'une formation stochastique des désorientations à une formation déterministe.

Cependant, malgré les modèles cités précédemment, il n'existe pas de modèles rendant compte de l'évolution de l'arrangement microstructural au cours de la déformation (organisation des parois de dislocations, désorientation, la taille des sous-grains, etc.).

1.2.2. Théorie LEDS

Toutefois, afin de comprendre la genèse des microstructures de déformation, il apparaît approprié de présenter la théorie LEDS (*Low Energy Dislocation Structure* = structure basse énergie des dislocations) développée par D. Kuhlmann-Wilsdorf. Une synthèse résumant plus de trente années de travaux est présentée dans la publication [Kuhlmann-Wilsdorf 1999]. La théorie est basée sur la théorie de la plasticité cristalline [Taylor 1934] et sur la seconde loi de la thermodynamique. Elle prévoit que la microstructure est quasiment toujours celle qui minimise l'énergie stockée. Elle n'est valable que pour une structure possédant suffisamment de dislocations qui interagissent entre elles pour former une structure stable.

La réduction de l'espacement entre les dislocations par la formation d'agrégats denses en dislocation, séparés par des volumes quasiment sans dislocation, réduit l'énergie stockée et est favorable à l'hypothèse LEDS. De telles structures sont préférentiellement formées et peuvent accommoder l'augmentation de la densité des dislocations au cours de la déformation. Ainsi, avec une déformation et une contrainte croissante, une transformation d'une structure LEDS en une autre plus stable a lieu, afin de décroître l'énergie stockée. Ces transformations seraient en fait responsables des différents stades d'écrouissage. Cependant, l'origine de la transformation des structures n'est toujours pas résolue.

Un aperçu des structures stables de l'Aluminium et de ses alliages est présenté ci-après, résumant la publication de [Kuhlmann-Wilsdorf 1999] :

- Au stade II, des arrangements plans des dislocations sont observés sous forme de *tapis*. Ils sont préférentiellement alignés sur les systèmes de glissement activés mais peuvent également être non-cristallographiques. Les *tapis* sont des joints de flexion dont les axes de rotation sont normaux à la direction de glissement.

- Le stade III est caractérisé par une structure mosaïque de cellules quasiment équiaxes. L'accumulation localisée des dislocations en parois de flexion accommode la contrainte ; mais une telle morphologie ne minimise pas l'énergie stockée. La minimisation de l'énergie est assurée par la structure en échiquier, par l'alternance des rotations au sein du matériau. En laminage, la structure est composée de longues parois, approximativement parallèles aux plans de cisssion maximale et est déterminée par la déformation imposée, indépendamment de l'orientation du cristal.

- Au stade IV, une structure en cellule sous forme de lamelle est observée en laminage, ce qui permet une réduction des contraintes internes. La transition entre les stades III et IV résulte en une microstructure complexe, comme exposée dans la Figure II-1 dans le cas d'un

échantillon d'Aluminium pur déformé en laminage à $\varepsilon = 1,4$. Une microstructure de grande déformation ($\varepsilon = 2,3$) est présentée dans la Figure II-3. Elle possède un arrangement lamellaire, parallèle à la direction DL. De plus, une bande contenant des sous-grains allongés est inclinée de 47° par rapport à DL.

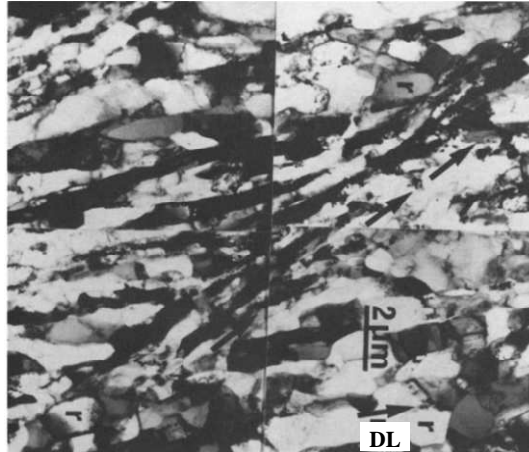


Figure II-3 : Structure lamellaire d'un échantillon d'Al99,996% déformé à $\varepsilon = 2,3$ (Section DL-DN). Une bande contenant des sous-joints allongés est inclinée de 47° par rapport à DL. [Bay et al. 1992-b]

1.3. Microbandes de petite et moyenne déformation – Controverse

La genèse des microstructures de faible et moyenne déformation ainsi que les transformations entre les stades II, III et IV d'écrouissage ne sont toujours pas bien comprises. De surcroît, en plus de la théorie LEDS, il existe une controverse sur la microstructure de déformation d'alliages cfc de haute γ_{SFE} . Les acteurs principaux de cette controverse sont le groupe du Risø National Laboratory, Danemark (G. Winther, X. Huang, N. Hansen) et le groupe du Manchester Materials Science Centre (J. Humphreys, Y. Huang, P. Bate).

1.3.1. Analyse I : Microbandes alignées sur les plans de cisssion maximale

Le groupe de Manchester, utilisant l'analyse des microstructures par EBSD, assure que les microstructures de déformation sont indépendantes de la cristallographie (donc de l'orientation du grain) et que les microbandes s'alignent principalement sur les plans de cisssion maximale (PCM).

L'évolution de l'inclinaison des microbandes et des bandes de cisaillement dans des alliages Al-0,1%Mg déformés à froid a été étudiée par [Hurley et Humphreys 2003-b]. Après une légère déformation de compression plane ($\varepsilon = 0,22$), quelle que soit l'orientation des grains (sauf pour l'orientation Cube), les traces des microbandes sont quasiment toutes alignées selon une inclinaison de 36° par rapport à DL sur la section DL-DN. En plus des

microbandes de déformation, des bandes de cisaillement apparaissent à partir d'un taux de déformation de $\varepsilon = 0,5$. A partir de $\varepsilon = 1,4$, les microbandes de cisaillement tendent à aligner les sous-joints parallèlement à DL. Un résumé de l'inclinaison des microbandes au cours de la déformation est présenté dans la Figure II-4 [Humphreys et al. 2007]. Trois régimes d'alignement sont à distinguer à température ambiante : une diminution de l'inclinaison des microbandes primaires par rapport à DL jusqu'à une déformation de $\varepsilon = 0,5$, suivie d'une stabilisation de l'inclinaison pour des déformations plus importantes. A partir de $\varepsilon > 1$, les bandes s'inclinent rapidement vers la direction DL.

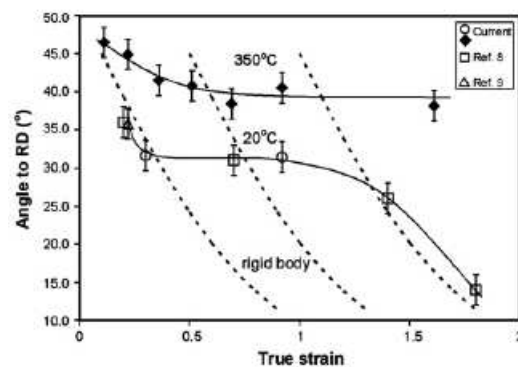


Figure II-4 : Comparaison de l'inclinaison des microbandes (section longitudinale) pour des échantillons déformés à 350°C et à 20°C. Les lignes en pointillés sont les prédictions des modèles de rotation de corps solide. [Humphreys et al. 2007]

[Hurley et al. 2003-a] et [Humphreys et al. 2006] ont analysé plus précisément l'inclinaison des sous-joints de l'alliage Al-0,13%Mg déformé à $\varepsilon = 0,22$. Les microbandes semblent s'aligner sur la trace des plans $\{111\}$ sur la section DL-DN, mais elles sont éloignées de la trace de ces plans sur la section DL-DT (voir Figure II-5). Par l'analyse des cartographies EBSD, les auteurs montrent que les microbandes s'inclinent de 36° par rapport à DL sur la section DL-DN et sont à peu près parallèles à DT sur la section DL-DT, comme indiqué dans le Tableau II-1. Une seule exception est rencontrée pour des grains d'orientation Cube, qui sont déviés de plus de 31° par rapport à DT sur la section DL-DT. La similarité des inclinaisons suggérerait que la déformation macroscopique a une influence prédominante sur l'inclinaison des microbandes. L'orientation cristalline n'aurait que peu d'effet.

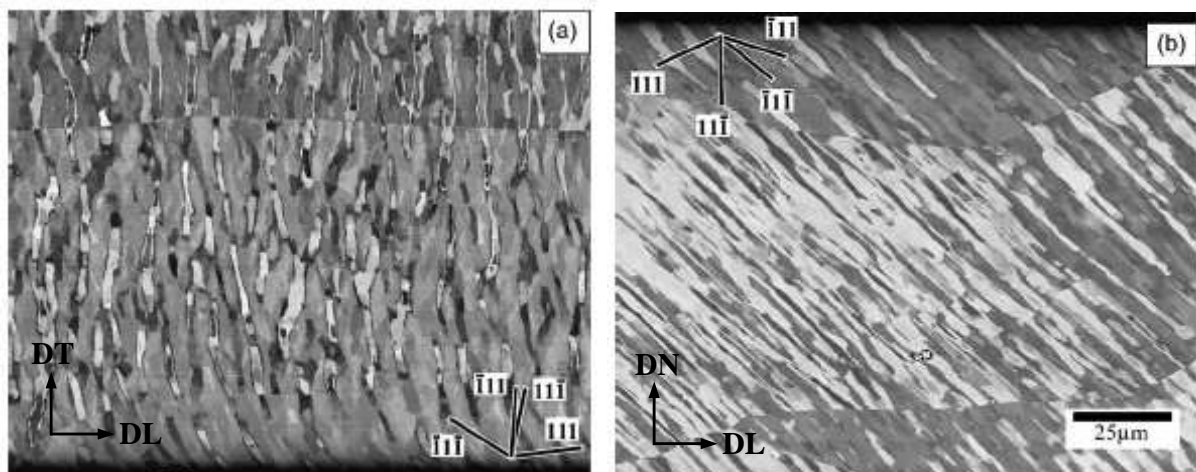


Figure II-5 : Image en Electrons Rétrodiffusés d'un échantillon Al-0,13%Mg ($\epsilon = 0,22$) sur la face de compression (a) et la section longitudinale (b). [Hurley et al. 2003-a]

Tableau II-1 : Angle entre la trace des microbandes et la direction de laminage (RD) de plusieurs grains d'un échantillon d'Al-0,13%Mg déformé en compression plane à froid ($\epsilon = 0,22$). [Hurley et al. 2003-a]

Composantes	Section longitudinale			Plan de laminage		
	Nbr. de grains	Inclinaison	Dispersion	Nbr. de grains	Inclinaison	Dispersion
Laiton	68	36°	21°	9	0°	22°
Cuivre	32	37°	23°	26	0°	23°
Cube	15	39°	23°	29	31°	24°
Goss	22	35°	21°	24	0°	25°
P	36	35°	21°	15	0°	24°
S	46	36°	21°	22	0°	24°

[Humphreys et al. 2006] ont étudié plus précisément la distribution des inclinaisons des sous-joints dans plusieurs grains d'orientation Laiton $\{110\}\langle 112 \rangle$ d'une éprouvette Al-0,1%Mg déformée à $\epsilon = 0,3$. Les distributions dans un grain Laiton sont présentées dans la Figure II-6. Les traces des sous-joints sont très majoritairement inclinées selon un angle proche de 30° par rapport à DL sur la section DL-DN. En revanche, les sous-joints sont clairement orientés selon DT sur la section DL-DT. Un résultat similaire est obtenu avec l'orientation P $\{110\}\langle 122 \rangle$. La valeur de 30°, plus faible que celle précédemment citée (36° pour $\epsilon = 0,22$), est en accord avec le fait que l'inclinaison des bandes diminue lorsque la déformation augmente [Hurley et al. 2003-b].

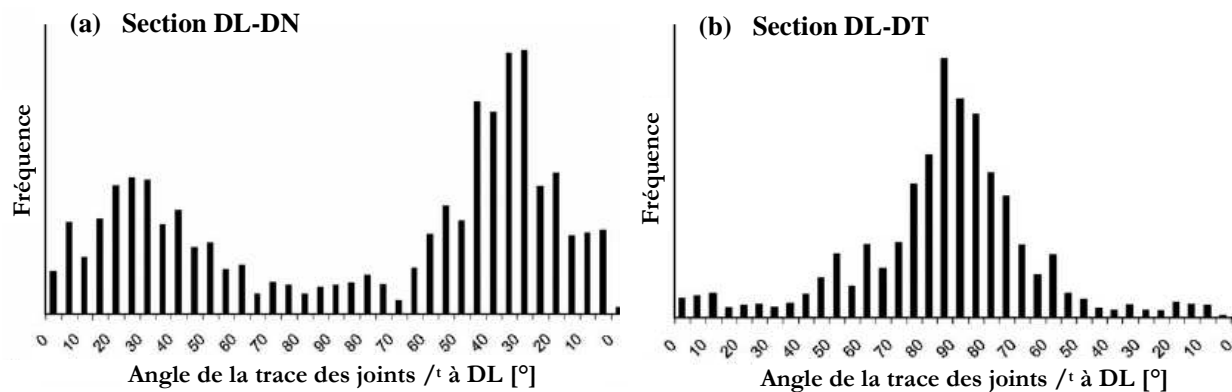


Figure II-6 : Inclinaison des sous-joints (1° - 10°) dans un grain d'orientation Laiton d'un polycristal Al-0,1%Mg déformé en CP à froid ($\varepsilon = 0,3$) sur les sections DL-DN (a) et DL-DT (b). [Humphreys et al. 2006]

1.3.2. Analyse II : Microbandes alignées sur les plans cristallographiques

A l'inverse, le groupe de Risø, s'appuyant sur des observations réalisées au microscope électronique en transmission (MET), assure que les sous-joints ou microbandes s'alignent principalement sur les systèmes de glissement activés (SGA). Ceci est également soutenu par les travaux récents du groupe de Tsinghua utilisant la technique EBSD.

[Winther et al. 2000], en étudiant des éprouvettes de traction d'aluminium ($\varepsilon = 0,05$ à $0,34$), ont montré que les parois des microbandes sont corrélées avec l'orientation cristalline de chaque grain ; les parois s'inclinent préférentiellement sur les SGA, et ce bien plus que sur les PCM. Pour appuyer cette affirmation, [Winther 2003] fait une revue bibliographique portant sur l'inclinaison des microbandes dans des essais de laminage, traction et torsion ($\varepsilon < 1$). Au niveau macroscopique, les traces des sous-joints sont proches des PCM, comme illustré dans le Tableau II-2. En laminage, les inclinaisons sont généralement observées selon des angles de 30° à 45° par rapport à DL sur la section DL-DN, avec une dispersion non négligeable de 20° . En revanche, au niveau microscopique, de nombreuses études rapportent que les sous-joints s'alignent sur les SGA. Il peut exister plusieurs plans cristallographiques sur lesquels les parois de dislocation s'alignent préférentiellement. Les auteurs notent aussi que les traces des microbandes alignées sur les SGA apparaissent plus droites et moins désorientées que les sous-joints éloignés des SGA.

Tableau II-2 : Synthèse d'une revue bibliographique sur l'inclinaison des microbandes. [Winther 2003]

	Plans de cisssion maximale	Traces expérimentales
Laminage		
angle $^{\circ}$ à DL, section (DL,DN)	$\pm 45^{\circ}$	30° à 45° (dispersion de 20°)
Traction		
angle $^{\circ}$ à l'axe de traction	45°	35° (dispersion de 5°)

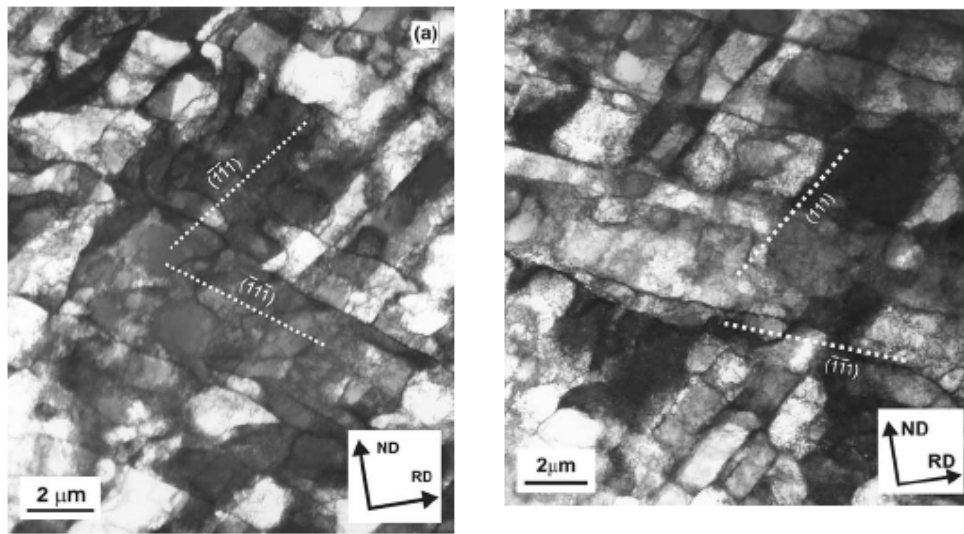
L'orientation Laiton $\{110\}\langle 112 \rangle$ constitue un test critique quant à l'alignement des microbandes, puisque les SGA sont largement déviés par rapport aux PCM. En étudiant des monocristaux Al-99,993% d'orientation Laiton en compression plane ($\epsilon = 0,5$ et $1,5$), [Godfrey *et al.* 1998] montrent que les traces des jeux de microbandes s'alignent sur les SGA à $\epsilon = 0,5$, comme indiqué sur la Figure II-7. A $\epsilon = 1,5$, quelques longues parois de dislocations sont approximativement alignées sur un SGA auxquelles s'ajoutent des bandes secondaires.



Figure II-7 : Observation MET d'une section longitudinale d'un monocristal d'orientation Laiton, déformé à froid ($\epsilon=0,5$). Les traces des plans $\{111\}$ sont indiquées. [Godfrey *et al.* 1998]

En outre, [Winther *et al.* 2004] ont étudié les microbandes de cinq grains d'orientation Laiton d'un AA1050 laminé à froid ($\epsilon = 0,3$). Les observations de la section DL-DN montrent que les microbandes s'alignent parfaitement sur les plans $\{111\}$, comme illustré à la Figure II-8a. En revanche, les parois de dislocations n'apparaissent pas planes sur la section DL-DT. L'étude d'un grain d'orientation S présente une ambiguïté (voir Figure II-8b). Deux jeux de microbandes sont présents. Pour l'un, les microbandes s'alignent avec le plan $(-1-11)$. En revanche, le second jeu est dévié de 25° par rapport au plan (111) le plus proche. Par ailleurs, une autre étude de grains d'orientation S a été réalisée avec la technique EBSD [Lin *et al.* 2007] dans un polycristal Al99,99% déformé à $\epsilon = 0,22$. Pour rappel, pour l'orientation idéale S, le SGA principal a une inclinaison de 40° par rapport à DL sur la section DL-DN. Sur sept grains S observés, les microbandes s'alignent approximativement à $\pm 40^\circ$ par rapport à DL.

Les auteurs concluent que les microbandes se développent selon une considération cristallographique, correspondant bien au SGA théorique.



a) Grain Laiton

b) Grain S

Figure II-8 : Micrographie MET de grains dans un AA1050 déformé en CP à froid ($\epsilon = 25\%$) sur la section DL-DN : a) Grain Laiton ($\sim 7^\circ$) ; b) grain S ($\sim 6^\circ$). [Winther et al. 2004]

Quelques publications récentes témoignent néanmoins de quelques alignements non cristallographiques. Dans un polycristal Al99,99% faiblement déformé en traction ($\epsilon = 0,14$), [Hansen et al. 2008] ont observé trois types de parois de dislocations :

- microbandes alignées parallèlement aux systèmes de glissement (déviations de $\sim 10^\circ$) ;
- structures en blocs ou microbandes non alignées aux SGA avec une déviation importante allant jusqu'à 35° ;
- une structure quasiment équiaxe formant un réseau de cellules.

Les deux structures en microbandes sont présentées dans la Figure II-9. L'évolution de ces différents paramètres structuraux avec la déformation montre un effet important de l'orientation cristalline. De même, [Huang et Winther 2007] et [Winther et Huang 2007] ont relié ces différentes structures en fonction des orientations cristallines pour des déformations modérées. Le premier type correspond aux orientations Goss, Laiton et Cube tourné. Le second type correspond aux orientations Cube, S et Cu. Les auteurs ont également établi les plans cristallographiques et les axes de rotation associés aux parois des microbandes.

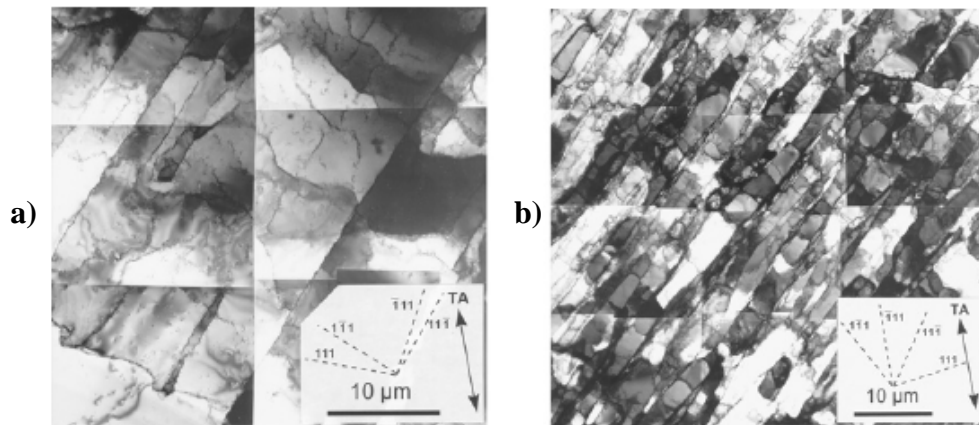


Figure II-9 : Micrographie MET d'un polycristal d'Al 99,99% déformé en traction ($\epsilon = 0,14$) : a) Microbandes alignées sur $\{111\}$; b) Microbandes non alignées sur les plans $\{111\}$. [Hansen et al. 2008]

1.3.3. Synthèse de la controverse

Nous rappelons que ces groupes de recherche n'ont pas seulement utilisé des techniques de caractérisation différentes, mais ils ont aussi étudié différents alliages d'aluminium avec des taux de déformation différents. Les deux grandeurs d'analyse des techniques MET et EBSD ne renseignent pas le même type d'informations. La première est extrêmement locale alors que la seconde est effectuée à une échelle beaucoup plus grande. En revanche, les très faibles désorientations ne sont pas prises en compte par la technique EBSD et seules les désorientations supérieures à 1° sont généralement analysées par la technique standard.

En premier lieu, le groupe de Risø est convaincu de l'origine cristallographique des alignements des parois des microbandes. De récentes études [Hansen et al. 2008] [Huang et Winther 2007] [Winther et Huang 2007] rendent compte de parois qui ne sont pas toujours alignées selon des plans $\{111\}$. Les alignements peuvent néanmoins se classer en trois types caractéristiques, associés à des orientations cristallines spécifiques. En regardant de plus près la Figure II-9b qui présente un type de microstructure non alignée sur un plan $\{111\}$, il apparaît que les microbandes sont inclinées d'un angle de 45° par rapport à l'axe de traction ; ce qui est en accord avec un alignement sur les PCM. De même, d'après l'étude de grains d'orientations S dans un polycristal déformé [Lin et al. 2007], les auteurs montrent que l'inclinaison entre les microbandes et l'axe DL est de 40° , ce qui correspond bien à un SGA. Cet angle est également très proche de l'angle généralement observé par le groupe de Manchester pour prouver que l'alignement des microbandes est indépendant de l'orientation cristallographique (cf. Tableau II-1).

En revanche, le groupe de Manchester s'attache plutôt à un alignement indépendant de l'orientation cristalline, qui ne dépendrait que du taux de déformation. Les analyses précises

de l'inclinaison des parois des microbandes, comme celles présentées dans la Figure II-6, montrent finalement que les inclinaisons sont très dispersées.

1.4. Microstructures de grande déformation

La controverse porte principalement sur les microstructures de faible et moyenne déformation. Cependant, pour des déformations importantes ($\epsilon > 1$), l'orientation cristalline a une forte influence sur les microstructures de déformation. Les études sur les monocristaux sont alors très pertinentes pour analyser les évolutions microstructurales.

Les orientations cristallines constituant la fibre β des textures de laminage (i.e orientations Cu, S et Laiton) sont stables en laminage. [Driver et al. 1994] ont confirmé la stabilité de ces orientations pour des déformations inférieures à $\epsilon < 1$. Les microstructures de déformation sont composées de cellules et de microbandes. Alors que l'orientation Laiton a une microstructure très homogène, les microstructures des orientations S et Cuivre possèdent des hétérogénéités telles que des bandes S et des bandes de cisaillement. La stabilité de l'orientation S a aussi été étudiée par [Kamijo et al. 1992]. Les auteurs ont cependant noté, qu'aux très grandes déformations ($\epsilon > 3,5$), des hétérogénéités de déformation pourraient être à l'origine de la texture Cube de recristallisation. Aux textures de laminage s'ajoute l'orientation Goss qui est stable jusqu'à un certain taux de déformation d'environ 1. A des déformations supérieures, les orientations tendent à tourner vers les deux composantes de l'orientation Laiton. [Ferry et Humphreys 1996] ont cependant observé une microstructure Goss reste relativement stable en grande déformation ($\epsilon = 3$).

Comme le prévoit la plasticité cristalline, la plupart des cristaux non stables sont amenés à tourner au cours de la déformation. A des déformations importantes ($\epsilon > 1$), les textures de déformation sont largement dominées par les textures de laminage (fibre β). Les microstructures de déformation d'orientations Cube et proches de Cube ont été généralement étudiées afin de comprendre l'origine de la texture Cube de recristallisation [Akef et Driver 1993] [Liu et al. 1998] [Basson et Driver 2000]. Les microstructures résultantes se déforment en bandes caractéristiques, formant ainsi des bandes de transition.

2. LA RESTAURATION

La restauration est un processus thermiquement activé qui vise à stabiliser une microstructure hors équilibre et qui aboutit à un adoucissement du matériau. Elle est à distinguer du processus de recristallisation, en ce sens qu'elle conserve la texture initiale et ne génère pas de nouveaux grains. Elle s'effectue au niveau de la sous-structure et n'affecte que la densité de dislocations, les sous-joints et les sous-grains.

Il est d'usage de distinguer deux types de restauration, même si les mécanismes fondamentaux sont similaires :

- la restauration dynamique qui s'opère au cours de la déformation,
- et la restauration statique, mise en jeu après la déformation du matériau.

L'intérêt porté sur la restauration se limitera dans le cadre de notre étude à la restauration statique d'alliages d'aluminium déformés à froid. Quelques exemples d'alliages autres et de matériaux déformés à chaud seront toutefois présentés.

Les mécanismes de restauration sont encore très peu compris et dépendent inévitablement de la nature des alliages (pur, avec impuretés ou précipités), du mode de déformation et de la température de recuit.

2.1. Force motrice de la restauration

Après une déformation à froid, le matériau est dans un état instable. Une quantité d'énergie est stockée dans le matériau déformé de par l'énergie apportée par le travail plastique au cours de la déformation. Elle correspond à environ 1 à 10% de cette énergie de déformation, le reste étant dissipé par échauffement [Verlinden et al. 2007].

2.1.1. Energie stockée

L'énergie stockée provient des dislocations produites et accumulées au cours de la déformation. Cependant, il est bien difficile de l'estimer expérimentalement ; les deux modèles microstructuraux introduits ci-après sont alors généralement utilisés.

Energie stockée par les défauts ponctuels :

Sauf à très basse température, la restauration des défauts ponctuels n'est généralement pas considérée comme un mécanisme majeur.

Energie stockée par les dislocations :

Les distorsions autour de dislocations entraînent une énergie supplémentaire dans le

matériau (voir Annexe A). En négligeant l'énergie de cœur des dislocations, et en ne considérant que l'énergie élastique, l'énergie stockée dans le matériau se traduit par :

$$E_{stockée} = \alpha \rho \mu b^2 \quad (1)$$

ρ : densité de dislocations
 b : vecteur de Burgers
 μ : module de cisaillement
 $\alpha \approx 0,2-0,5$

Energie stockée par la structure en sous-grains :

L'énergie de surface des sous-joints γ_s peut être évaluée grâce à l'équation de [Read et Shockley 1950], qui prend en compte la désorientation θ entre deux sous-grains ($0^\circ < \theta < 15^\circ$) :

$$\gamma_s = \frac{\mu a}{4\pi(1-\sigma)} \theta [A - \ln \theta] \quad (2)$$

μ : module de cisaillement
 a : paramètre de maille
 σ : coefficient de Poisson
 θ : désorientation relative
 $A \approx 0,23$

En incorporant les données relatives à un joint de grain désorienté de $\theta_m=15^\circ$, [Read 1953] a proposé l'équation suivante pour l'énergie d'un sous-joint :

$$\gamma_s = \gamma_m \frac{\theta}{\theta_m} \left[1 - \ln \left(\frac{\theta}{\theta_m} \right) \right] \quad (3)$$

L'indice "m" se réfère à un joint de grain tel que $\theta_m=15^\circ$. Pour l'aluminium, la valeur de $\gamma_m(\text{Al}) = 0,324 \text{ J/m}^2$ est utilisée, valeur estimée par [Murr 1975].

Les auteurs ont proposé ce modèle pour un sous-joint parfait. Cette formule ne s'appliquerait donc que pour des matériaux partiellement restaurés (ou déformés à chaud), mais pas pour l'état déformé à froid. [Hurley et Humphreys 2003-c] rappellent que la plus grande source d'erreur du calcul de l'énergie stockée dans l'état déformé réside dans l'utilisation de la relation de Read et Shockley.

L'énergie moyenne $\langle \gamma_s \rangle$ peut être calculée à partir de la distribution des énergies γ_i associée aux désorientations θ_i . [Barou et al. 2009-a] ont ainsi proposé l'équation suivante :

$$\langle \gamma_s \rangle = \frac{\sum_{i=1}^n \gamma_i}{n} = \frac{\sum_{i=1}^n \gamma_m \frac{\theta_i}{\theta_m} \left[1 - \ln \left(\frac{\theta_i}{\theta_m} \right) \right]}{n} \quad (4)$$

Ainsi, pour une microstructure formée de sous-grains bien définis, l'énergie stockée $E_{stockée}$ dans le matériau peut-être reliée au diamètre moyen des sous-grains d et de l'énergie de surface des sous-joints γ_s :

$$E_{stockée} = \frac{3\gamma_s}{d} \quad (5)$$

En combinant avec (3), on obtient :

$$E_{stockée} = \frac{3\gamma_m}{d} \frac{\theta}{\theta_m} \left[1 - \ln \left(\frac{\theta}{\theta_m} \right) \right] \quad (6)$$

2.1.2. Restauration de l'énergie stockée

Le matériau déformé est dans un état instable et un retour à l'équilibre s'ensuit à température élevée. Il s'effectue grâce à la force motrice générée par l'énergie stockée provenant des dislocations. Afin de comprendre les mécanismes limitant la restauration, il faut donc considérer les mécanismes limitant le mouvement des dislocations.

Déplacement des dislocations :

Deux modes existent pour un segment de dislocations.

- **Déplacement conservatif :** Le glissement des dislocations vis, coins et mixtes, qui avancent dans les plans de glissement $\{111\}$, domine pour des températures relativement basses ($T < 0,3T_f$) et contribue à l'annihilation des paires de dislocations. Dans les métaux cfc de haute γ_{SFE} comme l'Aluminium, le glissement dévié (Figure II-10) est également possible, i.e. les dislocations peuvent glisser d'un plan dense $\{111\}$ à un autre (les métaux de faible γ_{SFE} nécessitent une température plus élevée).

- **Déplacement non-conservatif :** La montée des dislocations coin, qui se déplacent hors de leur plan de glissement en absorbant ou en émettant des lacunes, est thermiquement activée. Elle est activée à partir de la moitié de la température de fusion ($T \approx 0,5 T_f$), c'est-à-dire autour de 200°C pour l'Aluminium.

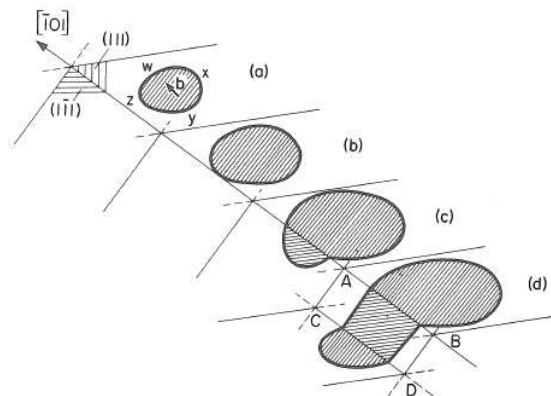


Figure II-10 : Glissement dévié d'une dislocation vis. Le vecteur de Burgers est parallèle à la direction $[101]$, commune aux plans (111) et $(1-11)$. Un double glissement est illustré en (d). [Hull et Bacon 1984]

Cependant, pour des métaux alliés, la contribution des éléments d'alliage est non négligeable. L'effet de l'ajout de manganèse ou de magnésium a un effet limitant sur la

cinétique de restauration. Le mécanisme de traînage des atomes de soluté doit être considéré.

Phénomène limitant le déplacement :

[Driver 2004] rappelle quelques phénomènes qui peuvent perturber le déplacement des dislocations (et donc la restauration), comme le traînage des atomes de soluté, le champ magnétique [Molodov et al. 2006], les effets topologiques et la distribution des désorientations (locales ou aux sous-joints).

Si une différence notable entre les rayons atomiques des atomes de soluté et ceux de la matrice existe, les atomes de soluté vont préférentiellement se regrouper autour des dislocations [Sandström 1977-b]. Pour le traînage des atomes de soluté, tout déplacement de dislocation requiert la diffusion de ces atomes de soluté. Par exemple, l'ajout de manganèse ou de silicium modifie la cinétique de restauration de l'Aluminium. Dans ce cas, l'énergie d'activation nécessaire correspond plutôt à l'énergie de diffusion des éléments d'alliages dans la solution solide. La montée et le glissement des dislocations ne sont alors plus les mécanismes limitants.

Energies d'activation :

Le Tableau II-3 propose un bref récapitulatif des énergies d'activation couramment rencontrées dans la littérature. Si l'énergie d'activation calculée est proche de l'énergie de diffusion des atomes de soluté dans la matrice aluminium, le traînage des atomes est alors considéré comme le mécanisme limitant. En revanche, si le mécanisme limitant est la montée des dislocations, l'énergie d'activation est alors proche de l'énergie d'auto-diffusion.

Tableau II-3 : Energies d'activation pour différents mécanismes de diffusion dans l'Aluminium

Alliage	Mécanisme	Energie d'activation (kJ/mol)	T (°C)	Référence
Al pur	Auto-diffusion	142		Frost et Ashby 1982
	Diffusion au cœur de la dislocation	82		
	Diffusion au joint de grain	84		
Al pur	Recristallisation	63	0-80	Haessner et Hoffman 1978
Al 99,995%	Migration des sous-joints	130	250-350	Humphreys et Humphreys 1994
Al-0,1%Mn Al-0,3%Mn	Recristallisation Croissance normale	130-170	200-450	Lens et al. 2005
Al-Si	Diffusion du Si dans Al	125-150		Huang et Humphreys 2000
Al-Fe	Diffusion du Fe dans Al	190-250		Nes 1995
Al-Mn	Diffusion du Mn dans Al	210-220		William et Fricke 1972

2.2. Mécanismes

Comme nombre d'auteurs [Sandström 1977-a], [Sandström 1977-b], [Nes 1995], [Humphreys et Hatherly 1995], il est judicieux de distinguer deux types de restauration :

- la restauration des dislocations dans les sous-grains et les sous-joints
- et la croissance par migrations des sous-joints.

2.2.1. Restauration des dislocations

[Sandström 1977-a] dresse un récapitulatif des mécanismes opérant à l'échelle des dislocations libres, à savoir : annihilation par paires ; réarrangement des dislocations dans les sous-joints ; absorption aux sous-joints ; émission de dislocation à partir des sous-joints et coalescence des sous-grains

Annihilation par paires dans les sous-grains :

Les dislocations voisines de vecteur de Burgers opposé s'annihilent, comme schématisé dans la Figure II-11. Toutes les dislocations ne peuvent pas être annihilées et il reste une certaine quantité de dislocations qui sera soit absorbée par les sous-joints, soit réarrangée en une structure stable par polygonisation [Sandström 1977-a]. Selon [Nes 1995], le mécanisme de glissement dévié serait limitant pour le contrôle de l'annihilation.

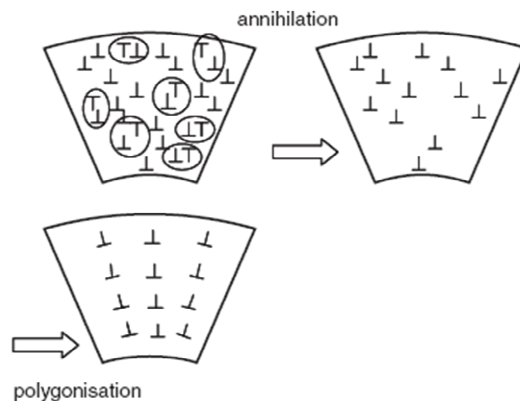


Figure II-11 : Annihilation par paires de dislocations de vecteur de Burgers opposé, suivie d'une polygonisation éventuelle dans un léger gradient d'orientation. [Driver 1986]

Réarrangement des dislocations dans les sous-joints :

L'annihilation des dislocations au niveau des sous-joints s'opère également. Ainsi, un réarrangement des dislocations en configuration de moindre énergie s'effectue, conduisant à un amincissement des parois de dislocations. Un exemple est présenté Figure II-12.

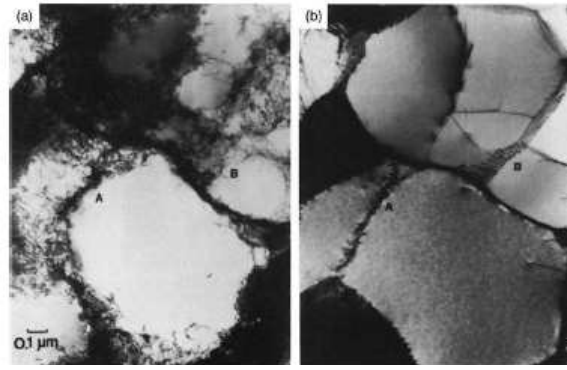


Figure II-12 : Micrographies MET d'un alliage d'aluminium ($\epsilon = 10\%$) : (a) microstructure déformée et (b) après un recuit de 2 minutes à 250°C sur la même plage d'analyse. [Humphreys et Hatherly 2004]

Coalescence/rotation : Le mécanisme de coalescence est controversé. Il correspond à une dissolution d'un sous-joint faiblement désorienté ($\delta\theta < 0,3^\circ$) [Sandström 1977-a] [Nes 1995].

[Sandström 1977-a] considère les deux mécanismes suivants pour la coalescence des sous-grains : l'extraction de dislocations du joint vers l'intérieur du sous-grain ; et l'émission de dislocations. En comparant son modèle théorique à celui développé par [Li 1962] pour la migration de sous-joints, il est alors proposé que, en général, l'extraction des dislocations a lieu en premier, suivie de la migration du joint. De plus, il est dit qu'une diminution de la température et une augmentation du taux de déformation à froid augmentent l'importance de l'extraction des dislocations aux joints. [Saetre 1996] propose un modèle de rotation des sous-grains thermodynamiquement possible.

A cause de la limite de détection de la désorientation par la technique EBSD ($\delta\theta_{\min} \sim 0,7^\circ$), le mécanisme de coalescence ne peut pas être détecté du fait qu'il n'opérerait que pour des sous-joints très faiblement désorientés ($\delta\theta < 0,3^\circ$). C'est pourquoi, les chercheurs travaillant notamment avec la technique EBSD écartent généralement tout mécanisme de coalescence. [Humphreys et Hatherly 1995] et [Nes 1995] ne sont pas convaincus du rôle de la coalescence, qui aurait, selon eux, une contribution largement moindre que la croissance des sous-grains par migration des parois de dislocations (sous-joints).

2.2.2. Croissance par migration des sous-joints

Ce paragraphe introduit la migration des sous-joints par un déplacement collectif des dislocations. La force motrice principale est la réduction des énergies de surface.

Croissance des sous-grains :

Une première approche consiste à modéliser la croissance des sous-grains comme la croissance des grains recristallisés. Les mécanismes sont pourtant bien à différencier, comme

le souligne [Sandström 1977-b] :

- un saut d'atome d'un grain à un autre (diffusion d'atomes à travers le joint) pour la croissance classique des grains recristallisés.
- un déplacement des dislocations par montée/glisement pour la croissance des sous-grains.

La migration des sous-joints pourrait alors s'interpréter par la théorie des dislocations. Les mécanismes limitants sont ceux présentés dans le paragraphe § II.2.2.

La force motrice pour la croissance des sous-grains est donc liée à l'énergie de surface γ_s et au diamètre d du sous-grain selon l'équation [Humphreys et Hatherly 2004] :

$$P = 3\gamma_s/d \quad (7)$$

Une limitation importante réside en l'expression de γ_s , qui pourrait évoluer au cours du recuit. De plus, comme indiqué par l'équation (3) de Read et Shockley, γ_s dépend de la désorientation θ entre les sous-grains ; l'influence de l'orientation cristalline ne serait donc pas négligeable.

Stabilité topologique des sous-grains :

Comme dans une microstructure recristallisée, la microstructure bien restaurée obéit à une stabilité topologique des sous-grains, qui dépend de l'équilibre local entre les énergies de surface au niveau des sous-joints. La condition de stabilité d'une jonction triple est rappelée par l'équation (8) pour une structure bidimensionnelle. La Figure II-13 représente une telle géométrie de jonction entre trois grains (1, 2 et 3) et les angles (α_1 , α_2 et α_3) formés par les joints. Les énergies de surface associées à ces trois joints sont γ_{23} , γ_{13} et γ_{12} .

$$\frac{\gamma_{23}}{\sin \alpha_1} = \frac{\gamma_{13}}{\sin \alpha_2} = \frac{\gamma_{12}}{\sin \alpha_3} \quad (8)$$

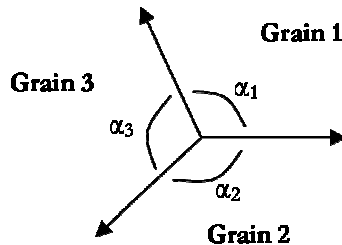


Figure II-13 : Jonction entre trois grains.

Ainsi, au cours de la restauration, les parois de dislocations sont amenées à se réarranger pour satisfaire la condition de stabilité. Si les énergies de joint sont proches, les angles formés par les parois seraient proches de 120° . Dans ces conditions bidimensionnelles, un grain posséderait 6 grains voisins. C'est ce qui est généralement observé dans les structures

recristallisées et dans les structures parfaitement restaurées, comme indiqué dans les Figure II-14a&b. En revanche, les microstructures des Figure II-14c&d ne sont pas encore stabilisées.

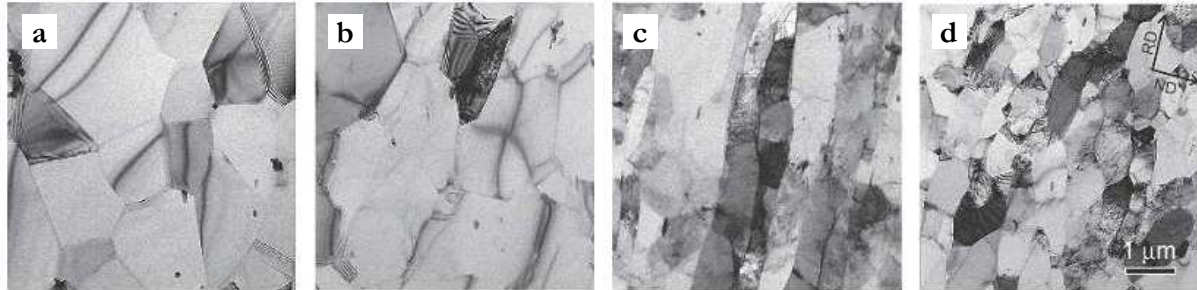


Figure II-14 : Images MET de grains d'orientations différents dans un AA1200 laminé à froid ($\epsilon=2$) après un recuit de 2h à 220°C : a) proche de S ; b) proche de cube ; c) laiton et d) cuivre. [Xing et al. 2006]

2.3. Modélisation

Nous rappelons que plusieurs mécanismes de restauration opèrent simultanément, sans démarcation évidente entre eux. C'est pourquoi il est très difficile de traiter la restauration de façon analytique. [Humphreys et Hatherly 2004] incite à une certaine prudence quant à la généralisation des cinétiques de restauration, du fait que :

- les relations entre les propriétés mécaniques et les microstructures sont bien plus complexes que celles proposées par les modèles,
- l'annihilation de dislocations et le réarrangement sont des phénomènes qui opèrent en même temps,
- les effets de soluté et l'énergie de faute d'empilement ne sont pas pris en compte,
- et les hétérogénéités sont ignorées.

2.3.1. Paramètres expérimentaux de la restauration

Le Tableau II-4 présente une revue bibliographique de quelques études sur la restauration, principalement orientées sur des alliages d'aluminium. Quelques unes tiennent compte de données expérimentales publiées dans des articles antérieurs (dont les références sont indiquées dans les publications citées).

Les principaux paramètres étudiés sont la dureté H_v (ou microdureté) et la contrainte d'écoulement σ qui renseignent sur l'évolution des propriétés mécaniques de manière globale, mais non locale. Les fractions résiduelles de la dureté $R_{(H_v)}$ et de la contrainte d'écoulement $R_{(\sigma)}$ sont très souvent utilisées car elles traduisent bien mieux le changement de propriétés. Elle sont définies comme suit :

$$R_{(Hv)} = \frac{Hv - Hv_{rex}}{Hv_0 - Hv_{rex}} \quad (9)$$

$$R_{(\sigma)} = \frac{\sigma - \sigma_{rex}}{\sigma_0 - \sigma_{rex}} \quad (10)$$

Hv et σ sont les valeurs au temps t de recuit
« rex » : valeurs de l'état recristallisé (non déformé)
« 0 » : valeurs de l'état déformé initial.

Un autre paramètre expérimental est l'évolution de la taille moyenne des sous-grains d . Dans un modèle analytique, seule la croissance de la taille moyenne peut être traitée. Quelques études analysent également l'évolution de la désorientation moyenne θ entre les sous-grains. Si l'on ne tient pas compte des dislocations à l'intérieur des sous-grains, les paramètres d et θ peuvent être suivis par l'analyse des microstructures, soit au MET, soit au MEB couplé à l'EBSD.

2.3.2. Modèles analytiques

La difficulté à relier toutes les données expérimentales pour proposer un modèle global est particulièrement mise en exergue à la lecture du Tableau II-4. Nous soulignons également quelques différences d'interprétation de mêmes données expérimentales, comme les travaux de [Ferry et Humphreys 1996], repris par [Sæter et al. 1998] et les travaux de [Barou et al. 2009-a] ré-interprétés dans [Barou et al. 2010].

2.3.2.1. Approches généralisées

Une tendance générale émerge des études sur la restauration. Toutes les évolutions des paramètres étudiés suivent une loi **logarithmique** ou **puissance « n »**. En accord avec ces observations, de nombreux modèles ont été proposés. [Humphreys et Hatherly 2004] rappellent deux lois cinétiques empiriques pour l'évolution d'un paramètre X au cours de la restauration en fonction du temps :

(1) Loi logarithmique : $\frac{dX}{dt} = -\frac{c}{t} \quad (11)$

Par intégration, on obtient : $X = c' - c \ln t \quad (12)$

(2) Loi puissance « n » : $\frac{dX}{dt} = -c \cdot X^m \quad (13)$

Par intégration, on obtient :

pour $m > 1$, $X^{-(m-1)} - X_0^{-(m-1)} = (m-1) \cdot c \cdot t \quad (14)$

pour $m = 1$, $\ln(X) - \ln(X_0) = c \cdot t \quad (15)$

Tableau II-4 : Revue bibliographique de mécanismes de restauration, en fonction des alliages d'aluminium et des conditions expérimentales. Le paramètre étudié et son évolution sont reportés.

Réf.	Alliage	ε	Recuit T et t	Paramètre étudié	Evolution des paramètres	Mécanismes observés	Energie activation
Sandström et al. 1978	Al-1%Mn	1,6	300- 400°C qq minutes	d ($\delta\theta > 0,2^\circ$) (MET)	Croiss. parabolique : $d^2 = d_0^2 + Kt$ Parois courbes traduisant la migration	Croissance par migration des sous-joints et migration des dislocations dans les sous-joints	
	Al-4N	1,6	100- 200°C qq minutes		Croiss. asymptotique : $d(d)/dt = [M\tau\phi\eta]/\mu$ Etat déformé et peu restauré : emmêlement de dislocations Etat recuit : paroi de cellules bien définie	coalescence extraction des dislocations (mécanisme limitant pour la restauration des dislocations est l'absorption aux sous-joints)	
			300°C in situ			coalescence et croissance par migration des sous-joints	
Hong Zhu et Varma 1990	Ni haute pureté	tréfi- lage	200- 350°C qq heures	d (MET)	Croiss. parabolique : $d^2 = d_0^2 + Kt$	Le modèle de Sandström ne marche pas pour le Cu et le Ni Basse température : dominé par la <i>dislocation pipe diffusion</i> Haute température : dominé par le <i>vacancy mechanism</i>	
Nes 1995	Théorie			$R_{(\sigma)}$	$\sigma(t) \propto 1/d(t)$ et $\sigma(t) \propto \sqrt{\rho(t)}$	Approche fractionnée ou séquentielle	
	Al pur (Masing et Raffelsieper)	0,02	100- 400°C qq minutes	$R_{(\sigma)}$	$R = 1 - kT/A \cdot \ln(1+t/\tau)$	Traînage des atomes de soluté de Fer en solution dans la matrice Al	194kJ/mol
	Fer haute pureté (Michalak et Paxton)	0,05	300- 500°C qq minutes à qq heures	$R_{(\sigma)}$	Approche composite : $R = f_1(1+t/\tau_2)^{-1} + f_2(1+t/\tau_5)^{(-2,5)}$	1) Temps court et R grand : → auto-diffusion limitante 2) Ensuite, diffusion de dislocation de cœur	1) : 105kJ/mol 2) : 174kJ/mol
	Al2,4%Mg	1,4	25°C 17 ans	σ $R_{(\sigma)}$	Approche composite : $R = 1 + f_1(\sqrt{(\rho/\rho_0)} - 1)$ Pas de contribution de $d(t)$	Mécanisme contrôlant l'annihilation des dislocations : Traînage des atomes de soluté	
	Al4%Mg	1,4					
	6% Mg (Alcoa)	0,05 - 1,4					
Furu, Orsund et Nes 1995	Al- 0,43%Fe- 0,09%Si Al- 0,29%Fe- 0,12%Si	1 à 3	250- 400°C qq secondes à qq heures	Hv d θ	Croiss. asymptotique $d/d_0 = [1 - d_0 kT/A_x \ln(1+t/\tau)]^{-1}$ A_x dépend de la nature de l'espèce qui diffuse pour $\varepsilon=3$, la micro-structure devient équiaxe	La croissance des grains est associée à une énergie d'activation apparente au début de la restauration : $U_{apparente} = U - A_x \cdot R/d_0$ et est contrôlée par le traînage des atomes	175kJ/mol
Ferry et Humphreys 1996	Al0,05%Si Monocristaux Goss	1,4	250- 350°C qq heures	d	Croiss. loi puiss. «n»: - $t < 24h$: $d^2 = d_0^2 + Kt$ - $t > 24h$: $n > 2$	Croissance continue ou discontinue des sous-grains	120kJ/mol - 140kJ/mol

Sæter et al. 1998	Théorie			$R_{(\sigma)}$	$R = f.\sqrt[3]{(\rho/\rho_0)} + (1-f).(d_0/d)$		
	Al3Mg (Barioz et al. 1992)	3	120- 190°C qq heures	$R_{(\sigma)}$	Croiss. asymptotique $R = 1-S.\ln(1+t/\tau)$	Modèle qui ne tient compte que de l'évolution de $\rho(t)$; et pas de celle de $d(t)$ → traînage des atomes de soluté	170kJ/mol
	AA 1050 (Furu,Orsund et Nes)	$\varepsilon > 1$	250- 350°C qq secondes à qq heures	d	T < 300°C : Croiss. asymptotique $d(d)/dt$ (traînage des atomes de soluté) T > 300°C : Croiss. parabolique : $d^2 = d_0^2 + Kt$	T < 300°C : la restauration sera limitée par le traînage des atomes T > 300°C : le glissement pur des dislocations est possible (auto-diffusion de Al)	T < 300°C: 194kJ/mol T > 300°C: 125kJ/mol
	AA 1070 (Sæter)	$\varepsilon > 1$	200- 320°C qq secondes à qq heures				
	Al0,05%Si Monocristaux Goss (Ferry, Humphreys)	1,4	250- 350°C qq heures	d	1) Croiss. asymptot. : $d(d)/dt$ (traînage des atomes de soluté) 2) Croiss. parabolique $d^2 = d_0^2 + Kt$	Le mécanisme de traînage des atomes est plus approprié et le modèle correspond plus aux données expérimentales.	1) : 192kJ/mol 2) : 90kJ/mol
Huang et Humphreys 2000-a	Al0,05%Si	0,35	250- 400°C qq heures	d θ (EBSD)	$\theta_{moy}/\theta_0 = (d_{moy}/d_0)^{-0,13}$ Croiss. loi puiss. «n»: $d^n - d_0^n = kt$ avec $k = 2,5...7$ Croissance hétérogène (anormale) observée.	La mobilité des sous-joints ($2,6^\circ < \theta < 5,6^\circ$) est assurée par la montée des dislocations, contrôlée par la diffusion des atomes de soluté	134kJ/mol
		1,2					
		1,2 350°C					
Vandermeer et Hansen 2008	AA1050			$R_{(Hv)}$	$R_{(Hv)}$ en fonction de T, t, Q_0 et γ	Energie d'activation de l'auto-diffusion de l'aluminium	89kJ/mol (au début) 135kJ/mol (à la fin)
Barou et al. 2009-a	Al0,1%Mn	1,6	150- 300°C qq heures	d θ (EBSD)	Croiss. parabolique : $\langle d \rangle^n - \langle d_0 \rangle^n = kt$ avec $k = 6...10$ Influence de l'orientation : Goss croît plus vite que S, Laiton et Cu	Le mécanisme de restauration n'a pas pu être détecté. La mobilité est calculée à partir de : $M = (d^2 - d_0^2)/k\gamma t$	48kJ/mol
	Al0,3%Mn						52kJ/mol
Barou et al. 2010	Al0,1%Mn Al0,3%Mn (Barou, 2009-a)	1,6	250- 300°C qq heures	d θ (EBSD)	Croiss. asymptotique : $d/d_0 = [1 - d_0 k T / A_x \ln(1 + t/\tau)]^{-1}$ A_x dépend de la nature de l'espèce qui diffuse	La croissance logarithmique est plus appropriée que la croissance parabolique.	193kJ/mol

Dans le paragraphe § II.2.2. ont été présentés les principaux mécanismes mis en jeu au cours de la restauration, i.e. la restauration des dislocations et la croissance de la taille moyenne des sous-grains. Afin de traduire ces mécanismes en modèles physiques, la densité de dislocation ρ et la taille moyenne des sous-grains d sont utilisées.

Par exemple, la restauration des propriétés mécaniques pendant le recuit a été modélisée par [Nes 1995] selon la tendance générale suivante :

$$\sigma(t) = \sigma_{\text{rex}} + \alpha_1 M \mu b \sqrt{\rho(t)} + \alpha_2 M \mu b / d(t) \quad (16)$$

M : facteur de Taylor
 μ : module de cisaillement
 b : vecteur de Burgers
 α_1, α_2 : variables du modèles

[Nes 1995], [Furu et al. 1995] et [Sæter et al. 1998] ont proposé des modèles reliant les fractions résiduelles $R_{(Hv)}$ ou $R_{(\sigma)}$ à l'évolution de la densité de dislocations ρ et de la taille des grains d . Cependant, ces paramètres n'évoluent pas selon la même cinétique. Pour cela, [Nes 1995] a proposé deux approches pour des matériaux très déformés, l'une composite (a), l'autre séquentielle (b), comme indiquées sur la Figure II-15. Ces deux approches sont similaires, sauf au tout premier temps de la restauration.

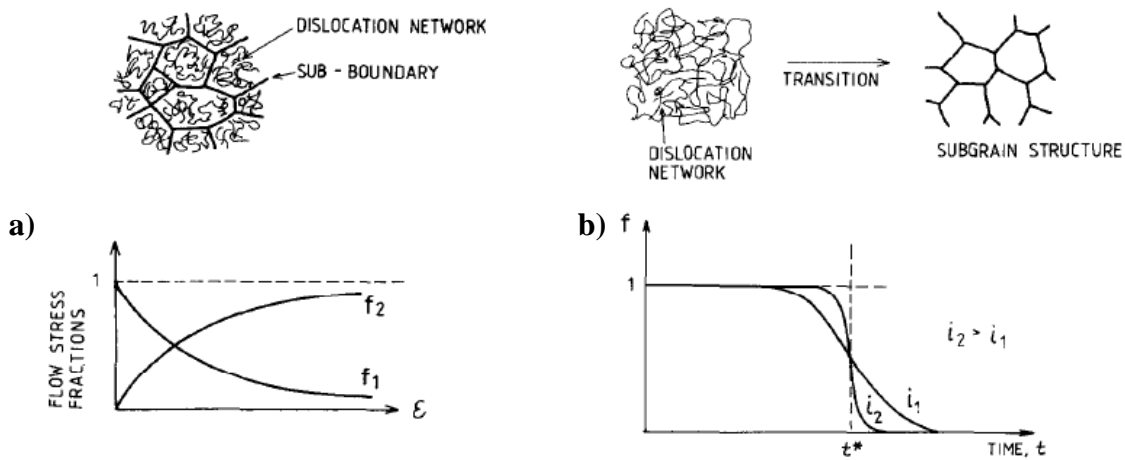


Figure II-15 : Modèle de restauration selon une approche : a) composite et b) séquentielle. [Nes 1995]

(a) Approche composite : annihilation des dislocations et croissance en même temps.

$$R = f_1(\sqrt{\rho(t)/\rho_0}) + f_2(d_0/d(t)) \quad (17)$$

Les contributions de f_1 et f_2 avec $(f_1 + f_2 = 1)$ évoluent en fonction du taux de déformation, comme indiqué dans la Figure II-15a.

(b) Approche séquentielle : d'abord annihilation des dislocations, puis croissance des sous grains après un temps critique t^* .

$$R = f(\sqrt{\rho(t)/\rho_0}) + (1-f)C^*(d_0/d(t)) \quad (18)$$

f transcrit une transition graduelle d'une distribution relativement uniforme des dislocations en une structure en cellule (voir Figure II-15b). La constante C^* dépend des conditions initiales et est proportionnelle à $(\delta_0 \sqrt{\rho_0})^{-1}$.

2.3.2.2. Contribution unique de $\rho(t)$

D'après certaines observations MET, il se peut qu'il n'y ait pas d'évolution de la taille des sous-grains au cours de recuits à de faibles températures ($T < 200^\circ\text{C}$) et à des temps courts de recuit. [Nes 1995] interprète de cette manière les résultats expérimentaux d'Alcoa sur des alliages Al-Mg déformés et restaurés à l'ambiante pendant 17 ans (voir Figure II-16). De même [Sæter et al. 1998] ne tiennent pas compte de l'évolution de d pour les travaux de [Barioz 1998] sur des alliages Al3Mg en grande déformation ($\varepsilon = 3$) et recuits à $T = 120 - 190^\circ\text{C}$. Les alliages Al-Mg (3–5%) présentent des fortes densités de dislocation sous forme d'enchevêtrements plutôt que de cellules ou sous-grains. La cinétique de restauration associée est contrôlée par le traînage des atomes de soluté pour les deux études (et éventuellement le traînage des crans de dislocations). Les auteurs proposent ainsi une évolution de R indépendante de d pour des alliages d'aluminium déformés en grande déformation et recuits à faibles températures. Les modèles les plus appropriés suivent l'approche fractionnée donnée par l'équation (17), associée à un mécanisme limitant dû au traînage des atomes.

$$[Nes 1995] : \quad R = 1 + f_1(\sqrt{\rho(t)/\rho_0} - 1) \quad \text{avec } f_1 = 0,5M\mu b\sqrt{\rho_0}/(\sigma_0 - \sigma_{\text{rex}}) \quad (19)$$

$$[Sæter et al. 1998] : \quad R = 1 - S_{\text{th}} \ln(1 + t/\tau) \quad (20)$$

S_{th} dépend de f_1 , l_a , ρ_0 et T

τ dépend de ρ_0 , T , U_s et l_j

f_1 de l'équation (19)

l_a : longueur d'activation

l_j : distance entre deux crans de dislocations

U_s : énergie d'activation pour la diffusion du soluté

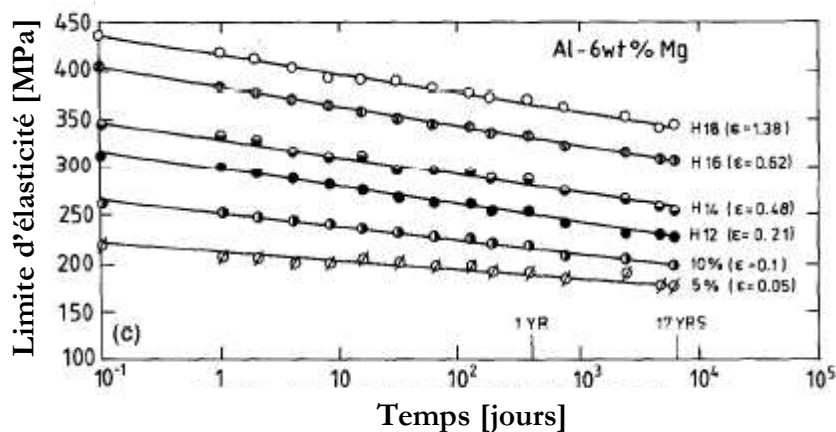


Figure II-16 : Evolution de la limite d'élasticité au cours d'un recuit à l'ambiante pendant 17 ans. Etude réalisée par Alcoa sur des alliages Al-Mg laminés. (Courbes extraites de [Nes 1995]).

2.3.2.3. Contribution unique de $d(t)$

Pour d'autres auteurs, l'évolution de la densité de dislocations au cœur des sous-grains n'est pas un paramètre prédominant. Cette assertion est généralement attestée pour des températures de recuit plus élevées ($T > 200^\circ\text{C}$) et des alliages avec de faibles concentrations de soluté. En effet, il est alors considéré que toutes les dislocations libres sont annihilées très rapidement après la déformation ou au tout premier stade de la restauration. Ainsi, l'énergie stockée totale peut-être analysée grâce à la désorientation au niveau des sous-joints et la taille des sous-grains selon l'équation (6).

Ces hypothèses sont assez fortes et doivent être modérées selon les paramètres expérimentaux (ϵ , T , t). Ceci n'est pas vrai dans tous les cas au regard des travaux de [Xing et al. 2006] pour un alliage AA1200 laminé à froid. Après un recuit à 220°C pendant 2h, des dislocations sont toujours présentes dans certains sous-grains (Figure II-14c&d), alors qu'elles ont été entièrement annihilées dans d'autres sous-grains (Figure II-14a&b). En revanche, cette hypothèse est bien valide pour des alliages déformés à chaud ; la contribution de la restauration dynamique contribue au nettoyage de dislocations au cœur des sous-grains.

En analysant le Tableau II-4, une tendance se dégage quant à la modélisation de la restauration en fonction de la température, suivant deux régimes : le premier avec une croissance asymptotique (équation (11)) et le second avec une croissance en loi puissance « n » (équation (13)).

Premier régime : croissance asymptotique

Cette cinétique est attestée pour des températures de recuit peu élevées ($200^\circ\text{C} < T < 300^\circ\text{C}$). Les modèles ne tiennent pas compte de la densité de dislocations au cœur des sous-grains, faisant l'hypothèse que toutes les dislocations libres sont annihilées au début du recuit. Une croissance logarithmique est donc bien observée dans les études de [Furu et al. 1995], [Sæter et al. 1998] et [Barou et al. 2010] pour des alliages d'aluminium. La cinétique de croissance des sous-grains peut être modélisée de la façon suivante pour des alliages dont le traînage des atomes de soluté est le mécanisme limitant [Furu et al. 1995] :

$$d/d_0 = [1 - C \cdot \ln(1 + t/\tau)]^{-1} \quad (21)$$

$$C = d_0 \cdot kT / A_x$$

A_x dépend de la nature de l'espèce qui diffuse

τ dépend de la température et des espèces qui diffusent

D'après ce modèle, tant que le rapport A_x/d_0kT est inférieur à 1, la croissance des sous-grains est associée à une énergie d'activation apparente U_{app} telle que :

$$U_{app} = U_a - A_x.R/d_0 \quad (22)$$

L'énergie d'activation vraie U_a correspond théoriquement à l'énergie de diffusion des atomes de soluté dans la matrice. Avec une telle modélisation, les auteurs ont pu relativement bien approché les résultats expérimentaux. La Figure II-17 présente la modélisation de l'évolution de la fraction résiduelle $R(\sigma)$ au cours de la restauration d'un alliage AA1050 laminé à froid ($\epsilon = 3$). L'énergie d'activation vraie a été calculée autour de 175kJ/mol, ce qui correspondrait bien à l'énergie de diffusion des atomes de fer dans la matrice aluminium.

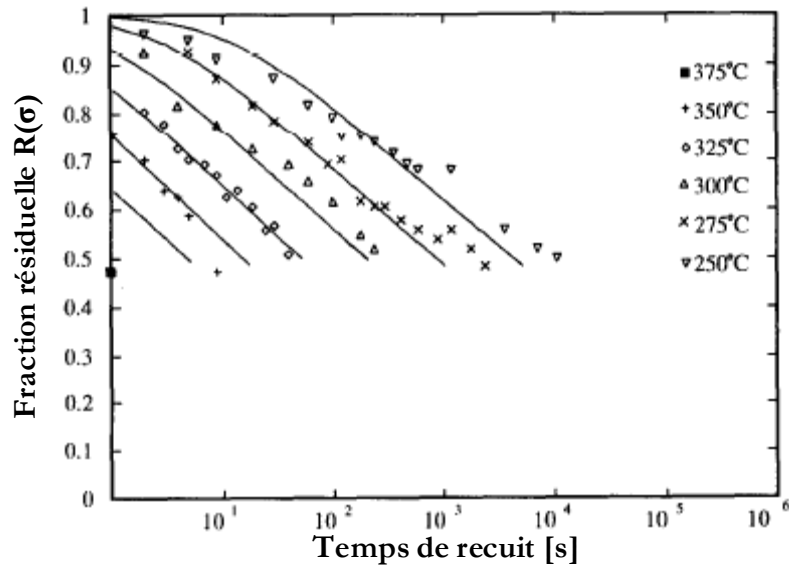


Figure II-17 : Evolution de la fraction résiduelle $R(\sigma)$ au cours d'un recuit pour différentes températures (AA 1050 déformé à froid $\epsilon=3$). Les lignes correspondent à la modélisation. [Furu et al. 1995]

Par une approche similaire, [Vandermeer et Hansen 2008] ont introduit une énergie d'activation apparente U_{app} dans leur modèle, telle que $U_{app} = U_a - \beta.E_0^{stockée} (R_{(Hv)})^2$; β étant une constante, $E_0^{stockée}$ l'énergie stockée après déformation et U_a l'énergie d'activation liée au mécanisme de restauration.

Second régime : croissance en loi puissance « n »

Pour des températures de l'ordre de 250°C à 350°C, il a été observé des croissances de type $d^n - d_0^n = Kt$ (voir équation (14)). Quelques études l'attestent, par exemple pour des alliages Al-Mn laminés à froid ($\epsilon = 1,6$) [Barou et al. 2009] et pour des alliages Al-Si laminés à froid ($\epsilon = 0,35$ et 1,2) et à chaud ($\epsilon = 1,2$) [Huang et Humphreys 2000-a]. Les valeurs de l'exposant « n » varient entre 2 et 10.

En augmentant la température de recuit, la croissance des sous-grains peut-être assimilée à la croissance de grains recristallisés, l'exposant « n » est alors égal à 2. La cinétique parabolique $d^2 - d_0^2 = Kt$ est observée dans quelques études sur la restauration, d'un point de vue

théorique par [Furu et al. 1995] pour des températures de recuit relativement élevées ($A_x/d_0kT \ll 1$) et d'un point de vue expérimental par exemple pour des alliages Al-1%Mn ($\varepsilon = 1,6$) recuits entre 300°C et 400°C [Sandström et al. 1978] et pour des alliages AA1050 laminés à froid ($\varepsilon > 1$) recuits entre 300°C et 350°C [Sæter et al. 1998].

Les métaux de haute pureté atteignent le second régime de croissance parabolique à des températures moins élevées que celles nécessaires aux alliages, étant donné que le traînage des atomes de soluté n'existe pas dans le cas des métaux purs. Le mécanisme limitant n'est alors que l'auto-diffusion des atomes de la matrice.

3. GERMINATION DE LA RECRISTALLISATION

Comme introduit dans le paragraphe précédent (§ II.2.), les mécanismes de la restauration sont difficilement analysables expérimentalement, la plus grande limitation étant l'amorçage de la recristallisation. Il est alors opportun de présenter succinctement la germination de la recristallisation qui peut apparaître très rapidement dans les polycristaux déformés.

Aussi, il n'est pas sans rappeler que la germination des grains recristallisés est encore aujourd'hui une grande source de débats et d'interrogations, qui durent depuis des décennies. Dans ce contexte, [Duggan et al. 1993] ont signalé le problème de la « perte d'évidence », c'est-à-dire qu'une analyse effectuée sur un grain recristallisé après un recuit perd inévitablement les informations de l'environnement du germe à l'état déformé.

Les mécanismes de la restauration sont également importants pour comprendre la germination de la recristallisation. En effet, [Ridha et Hutchinson 1982] ont émis l'hypothèse que les grains d'orientation Cube dans les matrices déformées sont susceptibles de restaurer plus rapidement que les autres orientations, ce qui leur permettrait de devenir des germes potentiels de grains recristallisés. Ceci s'expliquerait par le fait que les SGA possèdent des vecteurs de Burgers perpendiculaires, qui ne peuvent donc pas interagir entre eux.

3.1. Débats sur l'origine de la texture Cube de recristallisation

La principale texture de recristallisation dans les métaux cfc et leurs alliages comme l'aluminium ou le cuivre, est largement dominée par la composante Cube. Néanmoins, l'origine de la texture Cube de recristallisation n'est que partiellement comprise. Il est pourtant bien connu qu'il subsiste une légère texture Cube même après une grande

déformation en laminage à froid, de l'ordre de 1 à 2%. Or, les calculs de plasticité cristalline ne prévoient pas la présence de cette texture Cube.

[Humphreys et Hatherly 2004] présentent une revue historique sur l'évolution des idées concernant la germination de la texture de recristallisation. Pendant longtemps, les deux principales théories débattues étaient les théories de croissance orientée et de germination orientée. La théorie de la croissance orientée repose sur le fait que la mobilité des joints dépend principalement de la désorientation. La mobilité maximale serait rencontrée pour une relation de désorientation de 30° à 40° autour d'un axe $\langle 111 \rangle$. En revanche, la théorie de la germination orientée postule l'existence de grains Cube dans l'état déformé qui pourraient, par un mécanisme de restauration très rapide, croître dans les matrices avoisinantes de plus haute énergie stockée.

Aujourd'hui, il est largement accepté qu'il n'y a pas de contradiction entre ces deux théories et qu'elles sont complémentaires.

La texture résultante Cube de recristallisation est plus ou moins proche de l'orientation idéale Cube. Cela dépend de la pureté de l'alliage, de la taille de grains initiale et du taux de déformation. L'origine de cette texture de recristallisation proviendrait de différentes hétérogénéités, comme par exemple des bandes de cisaillement, des joints de grains ou des bandes de transition. Alternativement, la présence de grains Cube à l'état déformé serait une réminiscence de grains orientés initialement Cube, comme proposé par [Samajdar et Doherty 1999].

En 1974, Dillamore et Katoh publiaient leur célèbre article sur les mécanismes de recristallisation dans les métaux cubiques [Dillamore et Katoh 1974]. Déjà, ils proposaient clairement trois mécanismes principaux :

- la croissance de sous-grains (restauration) pouvant conduire à la recristallisation (formation de joints $\theta > 15^\circ$),
- la germination autour de joints de grain préexistants,
- et la formation de bandes de transition.

Dillamore et Katoh ont en effet introduit deux modèles simplifiés pour expliquer la formation de bandes de transition Cube, qui ont pour origine la décomposition d'une orientation proche de Cube en deux orientations symétriques, selon des axes de rotation autour de la direction normale DN ou de la direction de laminage DL. Aucune preuve expérimentale de cette théorie n'a pu être validée, seuls [Ridha et Hutchinson 1982] auraient observé de telles bandes de transition Cube, ayant effectué une rotation autour de DL.

Cependant, [Basson et Driver 2000] ont repris les calculs de plasticité cristalline sur des monocristaux cfc d'orientation Cube. Les auteurs sont en désaccord avec les modèles de rotation de Dillamore et Katoh et prévoient une dispersion autour de la direction transverse DT. Des essais de compression de monocristaux d'aluminium pur d'orientation Cube ou proche Cube réalisés par [Akef et Driver 1993] et [Liu et al. 1998] ont en effet montré que la rotation des cristaux est principalement autour de l'axe DT.

Il est à noter que le maclage ne joue aucun rôle dans le mécanisme de nucléation de la texture Cube dans les alliages d'aluminium. Cependant pour d'autres matériaux pour lesquels le maclage est possible (comme le cuivre), les grains Cube après recristallisation pourraient éventuellement être formés par maclage au cours du traitement de recristallisation.

Aussi, bien que l'origine de la texture de cube de recristallisation soit encore partiellement méconnue, il existe des procédés industriels thermomécaniques qui contrôlent la genèse de la texture Cube de recristallisation, comme pour la production de tôles minces d'aluminium pour les condensateurs qui contiennent 100% d'orientation Cube [Verlinden et al. 2007].

3.2. Présence de Cube en très grande déformation

En principe, les germes de recristallisation existent au préalable dans les matrices déformées. Quelques études expérimentales relatent leur présence dans des alliages polycristallins cfc en grande déformation.

Avant les années 1980, la technique la plus couramment utilisée pour révéler la présence de Cube après une grande déformation consistait en la mesure de textures par rayons X [Dillamore et Katoh 1974] [Norestad et al. 1987]. Aucune corrélation avec les microstructures déformées n'était alors possible. L'exemple d'analyse par rayons X de [Mishin et Gottstein 1998] montre bien la présence de texture Cube après un taux de laminage élevé dans des polycristaux de cuivre. La Figure II-18 présente leurs résultats pour des échantillons de taille de grains ultra-fine (0.2 μ m) laminés à 83% et 95%. L'échantillon déformé à 95% possède une texture Cube plus marquée que l'échantillon laminé à 83%. Il est conclu que plus la déformation est importante, plus la texture Cube idéale peut se développer. Après un recuit, la texture Cube de recristallisation est quatre fois plus intense dans le matériau déformé à 95% que dans celui déformé à 83%. Les auteurs mentionnent une instabilité microstructurale qui « pourrait développer des hétérogénéités locales de déformation pour accommoder la déformation de laminage croissante ».

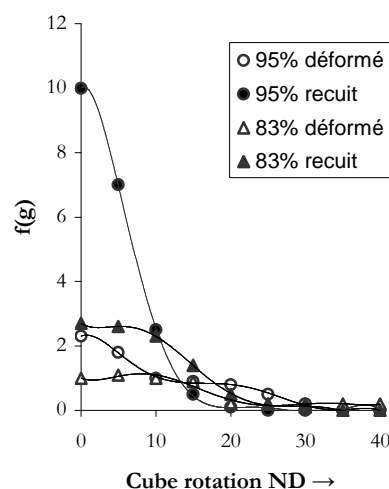


Figure II-18 : Fraction volumique de l'orientation Cube des échantillons de cuivre après un laminage à 83% et à 95%, et après recuit. (d'après [Mishin et Gottstein 1998])

En revanche, par la suite, la technique MET a largement été utilisée pour l'analyse fine des microstructures déformées avant et après recuit. Elle a également permis de mettre en évidence des grains Cube résiduels dans des alliages cfc en très grandes déformations qui pourraient être des sites de germination. La preuve de leur évolution en germe de recristallisation au cours d'un recuit n'a jusqu'à présent jamais pu être démontrée. De fines bandes d'orientation Cube ont alors pu être observées dans des alliages de cuivre [Ridha et Hutchinson 1982] [Duggan et al. 1990] et dans des alliages d'aluminium [Xing et al. 2006]. Par exemple, la Figure II-19 montre deux grains voisins d'orientation Cube, entourés de grains d'orientation (1-3-2)[-1-11] et (0-11)[-411]. Les deux grains présentés amorcent une croissance par *bulging*, en dehors de leur bande de déformation. En étudiant des échantillons de cuivre laminés en grande déformation à froid, [Duggan et al. 1990] ont pu mettre en évidence la présence de microbandes allongées d'orientation Cube, présentant une relation désorientation avec leur voisinage de 30°-40° autour d'un axe $\langle 111 \rangle$.

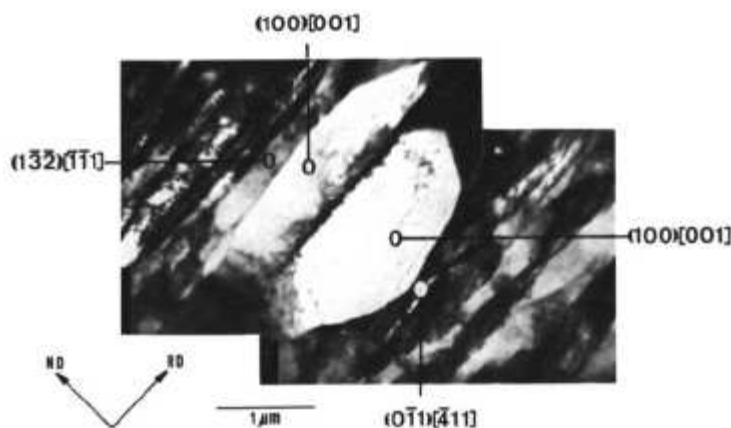


Figure II-19 : Micrographie MET présentant des grains Cube bombés (bulging) hors des microbandes originales. (d'après [Ridha et Hutchinson, 1982])

L'avènement de la technique EBSD dans les années 1990 a contribué à un ré-intérêt de la question de l'origine de la texture Cube de recristallisation [Hjelen et al. 1990] [Samajdar et Doherty 1995] [Samajdar et Doherty 1999]. En effet, cette technique permet une analyse de la microstructure beaucoup plus large que la technique MET et les relations d'orientation sont très facilement obtenues. Plus récemment, [Chang et Duggan 2010] ont observé très clairement avec la technique EBSD des bandes Cube situées entre des volumes de textures S complémentaires dans des échantillons Al-5%Mg laminé à froid à 95%, qui pourraient être des germes de recristallisation.

La mise en évidence expérimentale ne suffit pas à comprendre les mécanismes en jeu pour la formation de germes Cube. Cependant, toutes les études sur la recristallisation s'accordent sur le fait que la texture S de laminage est très souvent associée à la formation de la texture de recristallisation Cube. Il est important de rappeler que la désorientation entre une orientation S et Cube est de l'ordre de 37° autour d'un axe cristallographique $\langle 111 \rangle$. Très souvent, les conclusions s'articulent autour d'une hypothèse d'hétérogénéités de déformation, dont les mécanismes sont encore inconnus.

Des études menées sur des monocristaux ou bicristaux ont pu révéler que des grains Cube peuvent être formés à partir de grains d'orientation S. Dans ce contexte, le postulat que tous les grains Cube proviennent de grains initialement orientés Cube et le postulat de la formation de bandes de transition à partir d'une orientation initiale proche de Cube ne peuvent tout simplement pas s'appliquer. Par exemple, [Theyssier et Driver 1999] ont étudié le comportement de l'interface d'un bicristal S/Laiton déformé en Channel-Die à 300°C ($\varepsilon = 1,5$). Après un léger recuit de 10s à 300°C , de nouveaux grains isolés proches de Cube ont germé près de l'interface. Comme présenté dans la Figure II-20, la germination s'effectue principalement à partir de la matrice S.

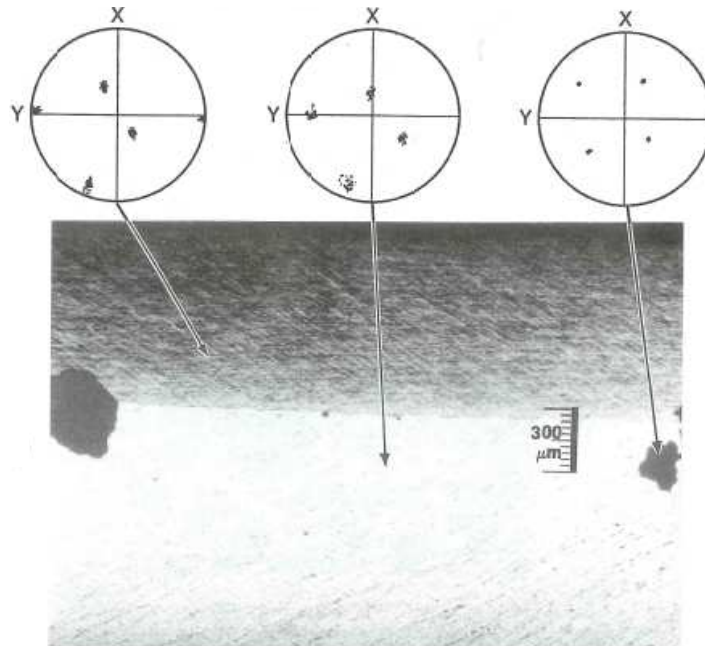


Figure II-20 : Micrographie d'un bicristal Laiton/S déformé à 300°C ($\epsilon = 1,55$) et recuit 10s à 300°C. Des grains Cube recrystallisés sont apparus dans la matrice S, près de l'interface. [Theyssier et Driver 1999]

En menant des études sur des monocristaux d'orientation S d'aluminium et de cuivre laminés en grande déformation, Kamijo et ses collaborateurs ont très clairement montré qu'une texture Cube se développe à des taux de déformation très élevés [Kamijo et al. 1991] [Kamijo et al. 1991]. Des hétérogénéités de déformation émergent donc de la matrice S déformée, qui est usuellement stable en laminage. Avant tout, une très faible texture Cube à l'état déformé est difficilement détectable par une mesure de texture aux rayons X. Cependant, celle-ci est très clairement mise en exergue après un traitement de recuit, comme le montrent les figures de pôles de la Figure II-21 d'un monocristal Al99,99% laminé à 97,5% puis recuit à 500°C pendant 100s. La texture de recrystallisation y est largement dominée par la texture Cube, témoignant de la présence de germes Cube dans l'état déformé. Un autre exemple d'hétérogénéités rencontrées pour des déformations supérieures à 97.5% pour les monocristaux Al99,99%, est la formation d'une texture S symétrique de l'orientation S initiale.

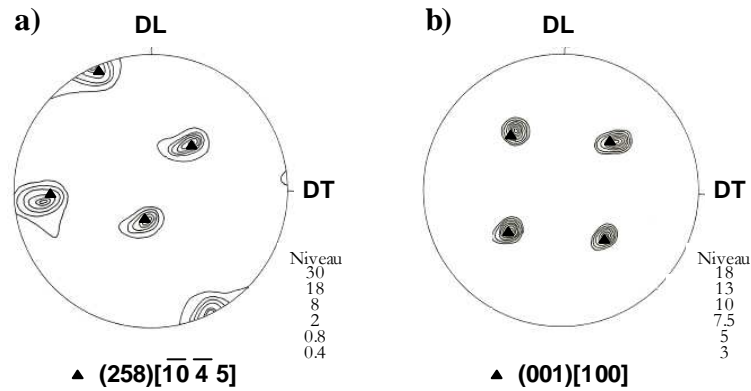


Figure II-21 : Figures de pôles $\{111\}$ d'un monocrystal d'Al99,99% d'orientation S laminé à 97,5% : a) après déformation ; b) après un recuit de 100s à 500°C. (d'après [Kamijo et al. 1992])

Pour conclure cette introduction de la germination de la texture Cube de recristallisation, une chose vraiment certaine dans tous les débats et les interrogations est que les mécanismes de la formation de grains Cube en grandes déformations restent encore indéterminés parce qu'ils sont probablement multiples mais également très complexes.

4. OBJECTIF DU TRAVAIL DE THESE

L'objectif principal du travail de thèse est de corréler les microstructures de grande déformation et les mécanismes d'adoucissement des alliages Al-Mn.

Afin de pouvoir y répondre, il nous est apparu important de comprendre la genèse des microstructures de déformation. Nous nous intéresserons dans un premier temps à l'évolution des microbandes au cours de la déformation afin de caractériser le rôle de la cristallographie sur le développement de leur structure. Nous tenterons ainsi d'apporter une réponse à la controverse quant à l'inclinaison des microbandes sur les systèmes de glissement activés ou sur les plans de cisssion maximale grâce à une étude systématique sur des monocristaux d'orientation stable en laminage. La transition de la structure en échiquier à la structure lamellaire, introduite par la théorie LEDS, sera également examinée afin d'étudier les différences microstructurales au sein de grains fortement laminés.

Par ailleurs, les modèles de restauration ne prennent en compte que l'évolution globale de la densité de dislocations et la taille moyenne des sous-grains. D'après la première revue bibliographique, aux grandes déformations, l'orientation cristalline (stable en laminage ou non) a une influence sur les microstructures : les paramètres ρ_0 et d_0 devraient alors être

différents. Or cette influence de l'orientation cristalline n'est jamais introduite dans les modèles de restauration. Quelques auteurs ont néanmoins évoqué des différences de cinétique de restauration dans des orientations particulières. La seule analyse quantitative réalisée jusqu'à présent a été effectuée dans le travail de thèse de Fabrice Barou [Barou 2009-b]. Il a montré que pour deux alliages Al-0,1%Mn et Al-0,3%Mn déformés ($\epsilon=1,6$) et recuits à 250°C-275°C, les sous-grains d'orientation Goss ont une croissance plus rapide que les sous-grains S, Cuivre et Laiton.

Le but de la deuxième étude expérimentale sera de clarifier l'influence de l'orientation cristalline sur les mécanismes de la restauration. Pour cela, trois monocristaux déformés à $\epsilon = 2,3$, présentant des microstructures de déformation très différentes, seront étudiés. L'évolution microstructurale est caractérisée par mesures de microdureté, par l'observation de cartographies EBSD et par l'analyse des profils des pics de DRX.

Enfin, nous étudierons l'adoucissement dans un polycristal déformé en grande déformation ($\epsilon = 2,3$) par une corrélation directe de la microstructure après déformation et après recuit. Nous mettrons alors en évidence différentes sources possibles de germination de la texture Cube de recristallisation.

III TECHNIQUES EXPERIMENTALES

1. INTRODUCTION AUX TEXTURES

Une orientation cristalline décrit la façon dont s'oriente le repère \mathcal{R}_C du cristal ([100],[010],[001]) associé à une maille cristallographique élémentaire d'un grain du matériau. Elle est toujours définie en fonction d'un repère de référence. En laminage, ce dernier correspond au repère orthonormé \mathcal{R}_L décrivant les trois directions caractéristiques DL, DT et DN (i.e. Direction de Laminage, Direction Transverse et Direction Normale). Un schéma des deux repères \mathcal{R}_C et \mathcal{R}_L est présenté dans la Figure III-1.

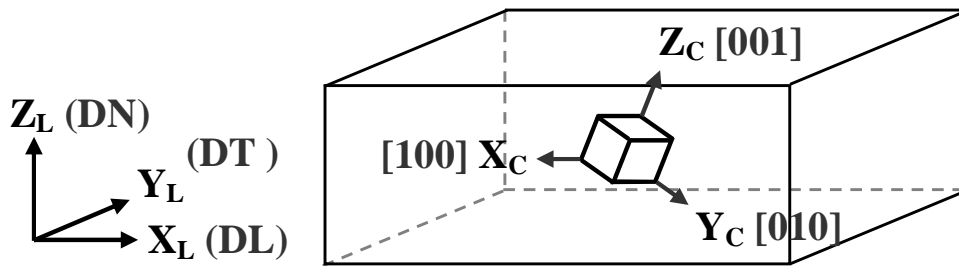


Figure III-1 : Schéma du repère \mathcal{R}_C du cristal associé à une orientation cristalline et du repère typique de laminage \mathcal{R}_L .

Plusieurs notations sont employées pour décrire les orientations cristallines. En général, elles décrivent une rotation du repère de laminage \mathcal{R}_L vers le repère du cristal \mathcal{R}_C . Les plus couramment utilisées dans notre étude sont les **indices de Miller** $\{hkl\}\langle uvw \rangle$, qui définissent de manière simple une orientation idéale. Les angles d'Euler (ϕ_1, Φ, ϕ_2) avec la convention de Bunge (1965) sont également utilisés puisque la technique EBSD exprime les données cristallographiques selon cette convention. Pour plus de détails, les Annexes B.1-3 introduisent plus amplement les descriptions des orientations.

Au cours d'une déformation plastique de laminage, les grains d'un alliage s'orientent selon des orientations préférentielles spécifiques, nommées textures de laminage. Une composante de texture est usuellement caractérisée par l'ensemble des orientations désorientées de moins de 15° par rapport à une orientation idéale ($\delta\theta < 15^\circ$). Pour les métaux et alliages cfc de haute

énergie de faute d'empilement tel que l'aluminium, l'ensemble des textures de laminage est appelé fibre β , caractérisée par les orientations idéales Laiton, Cuivre et S.

Le Tableau III-1 résume les principales textures rencontrées dans les métaux cfc et les relations d'orientation entre les composantes de la fibre β sont indiquées. D'après les symétries du réseau cubique, il existe en réalité deux composantes pour l'orientation Laiton (Br_I et Br_{II}) et pour l'orientation Cuivre (Cu_I et Cu_{II}). L'orientation S comprend quatre composantes, notées ici S_I , S_{II} , S_{III} et S_{IV} . Les indices de Miller et les angles d'Euler de toutes les composantes idéales sont présentés dans l'Annexe B.5. Aux textures de laminage s'ajoute la texture Cube de recristallisation, caractéristique des alliages d'aluminium et de cuivre. La texture Goss est stable en laminage jusqu'à un taux de déformation inférieur à 1,5.

Tableau III-1 : Composantes idéales de texture des métaux cfc. Les relations d'orientation entre les composantes de la fibre β sont indiquées.

Composante de texture	Abréviation	Indices de Miller	Fibre β
Laiton	Br	$\{110\}\langle 112 \rangle$	
Cuivre	Cu	$\{112\}\langle 111 \rangle$	
S	S	$\{123\}\langle 634 \rangle$	
Cube	C	$\{100\}\langle 001 \rangle$	
Goss	G	$\{110\}\langle 001 \rangle$	
Random	Rd	-	

Afin d'étudier l'influence de l'orientation cristalline sur la restauration pour les tôles laminées en grande déformation, qui sont donc largement dominées par les textures de laminage, nous avons choisi d'étudier de façon systématique l'évolution microstructurale de trois orientations idéales stables en laminage que sont Laiton, S et Goss.

Dans le manuscrit de thèse, les figures de pôles sont utilisées pour caractériser les orientations cristallines. Ces dernières sont projetées sur la section DT-DN, afin de pouvoir visualiser facilement les rotations autour de l'axe DT, axe de désorientation caractéristique aux faibles déformations de laminage. L'Annexe B.6 présente les figures de pôles $\{111\}$ des orientations idéales Laiton, Cuivre, S, Cube et Goss.

2. MATERIAUX

Les alliages modèles Al-0,1%Mn et Al-0,3%Mn ont été choisis pour notre étude étant donné qu'ils s'approchent de la composition de la matrice (hors précipités) des alliages industriels de type Al-3004. Afin d'étudier l'influence de l'orientation cristalline sur les

propriétés mécaniques et sur les mécanismes de restauration des alliages Al-Mn, une caractérisation systématique à l'aide d'éprouvettes monocristallines est apparue particulièrement appropriée.

2.1. Alliages d'aluminium

Les alliages modèles d'Al-Mn de haute pureté ont été fournis par Alcan CRV sous forme de lingots bruts de coulée. La composition chimique des alliages Al-0,1m%Mn et Al-0,3m%Mn est indiquée dans le Tableau III-2. Ces alliages ont également été utilisés lors de travaux de thèse antérieurs par [Lens 2004], [Quey 2009] et [Barou 2009-b]. Le manganèse en solution solide change les propriétés mécaniques de l'aluminium, en augmentant son écrouissage [Ryen et al. 2006]. Il est largement utilisé comme élément d'alliage du fait qu'il retarde la restauration et la recristallisation.

Tableau III-2 : Composition chimique des alliages modèles Al-0,1%Mn et Al-0,3%Mn.

Alliages	Soluté (m%)	Impuretés (ppm)							
	Mn	Cu	Mg	Si	Fe	Ni	Zn	Ca	Na
Al-0,1%Mn	0,12	15	2	6	5	0,33	0,23	0,23	1,47
Al-0,3%Mn	0,30	15	2	6	5	0,33	0,23	0,23	1,47

Pour nos alliages Al-Mn modèles, un traitement d'homogénéisation adapté peut dissoudre les éventuels précipités de MnAl_6 ou de MnAl_4 afin que tout le Manganèse soit en solution solide dans l'Aluminium. D'après [Hansen 1958], une remise en solution de Mn dans Al est possible jusqu'à une teneur de $\sim 4,7\%$ atomique en Mn avec une trempe très rapide ; ce qui n'est pas évident à la lecture du diagramme de phase Al-Mn (Figure III-2).

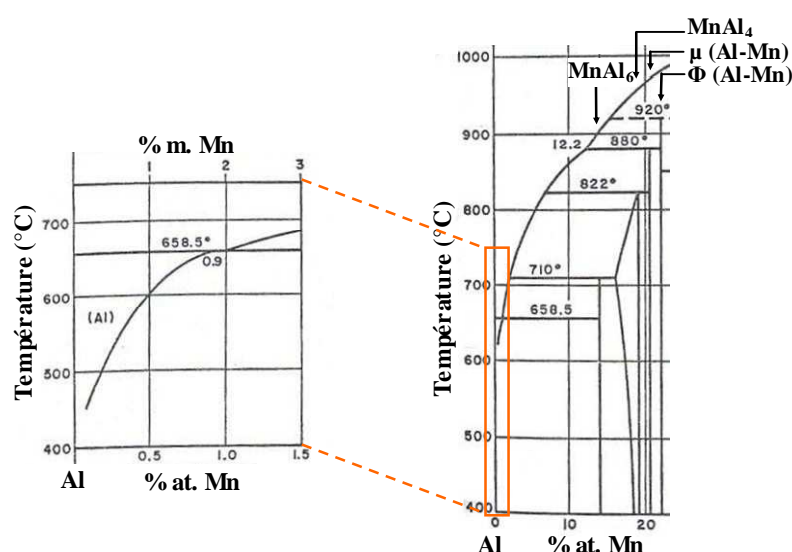


Figure III-2 : Diagramme de phase Al-Mn [Elliott 1965].

De l'Aluminium Al-99,99% de haute pureté a aussi été étudié ; sa composition est donnée dans le Tableau III-3.

Tableau III-3 : Composition chimique de l'Aluminium Al99,99%.

Al-99,99%	Impuretés (ppm)										
	Cu	Mg	Si	Fe	Mn	Ni	Zn	Pb	Sn	Ti	Cr
	0,032	0,014	0,013	0,03	0,003	0,003	<0,046	0,055	<0,0004	0,005	0,003

2.2. Monocristaux Laiton, Goss et S

Une grande partie du travail expérimental a été réalisée sur des éprouvettes monocristallines déformées en compression plane. Le Tableau III-4 résume les monocristaux employés au cours de notre étude. L'influence de l'orientation cristalline sur l'évolution des microstructures de déformation a été étudiée au moyen des monocristaux Al-0,1%Mn d'orientations Goss, Laiton et S. Les monocristaux d'orientation Laiton, comprenant trois teneurs différentes en soluté (Al99,99%, Al-0,1%Mn et Al-0,3%Mn), ont également permis d'étudier l'influence du soluté sur la microstructure de déformation.

Tableau III-4 : Epreuves monocristallines employées pour la compression plane.

Alliages	Orientation
Al99,99%	Laiton
Al-0,1%Mn	Laiton
	Goss
	S
Al-0,3%Mn	Laiton

La fabrication de barreaux monocristallins s'effectue grâce à une solidification en croissance contrainte, à partir d'un germe monocristallin d'orientation $\{hkl\}\langle uvw \rangle$ précisément connue. Cette technique est une spécialité de l'EMSE.

Après un décapage à l'acide pour ôter la couche superficielle d'oxyde, le barreau polycristallin (12x25x120mm) et le germe sont soudés. Ils sont ensuite placés dans le four (schématisé sur la Figure III-3) sous courant d'Argon dans un creuset en graphite. La montée en température s'effectue grâce à un enroulement chauffant. Puis, un anneau chauffant mobile assure la fonte progressive du barreau polycristallin jusqu'à ce qu'une partie du germe (~ 1 cm) soit fondue. Le processus de solidification est effectué par le retrait de l'anneau chauffant à une vitesse constante de 6cm/h. L'orientation cristallographique de chaque barreau est

vérifiée par diffraction de RX avec la méthode de Laue de diagramme en retour. Le générateur de RX employé est un KRISTALLOFLEX 70 ($I=20\text{mA}$, $V=45\text{kV}$).

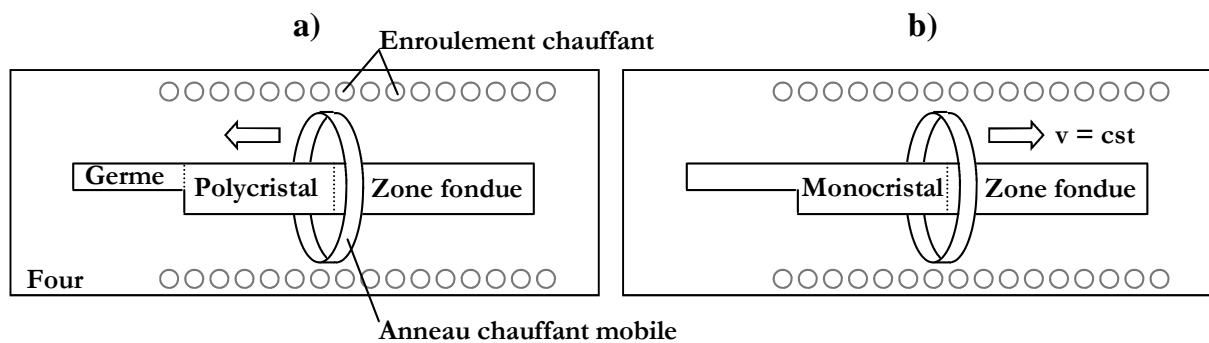


Figure III-3 : Fabrication d'un monocristal à partir d'un germe monocristallin : a) fusion progressive du barreau ; b) refroidissement contrôlé pour une croissance contrainte du monocristal.

Avant la découpe des éprouvettes, les barreaux d'Al-Mn ont subi un traitement d'homogénéisation à 630°C pendant 24h (four sous courant d'Argon, puis refroidi à l'air ambiant). L'homogénéisation du Mn dans les monocristaux Al-0,1%Mn et Al-0,3%Mn a été vérifiée par absorption atomique sur des prélèvements aux deux extrémités de barreaux monocristallins d'orientation Laiton ; la teneur en Mn mesurée est de 0,12m% et de 0,30m% respectivement. Les éprouvettes monocristallines sont ensuite découpées par électro-érosion aux dimensions $6,95 \times 8 \times 10\text{mm}$ (DT,DL,DN). Elles ont toujours une orientation proche de l'orientation idéale à 1 ou 2° près.

2.3. Polycristaux

L'étude de la germination de la texture Cube a été réalisée sur des éprouvettes polycristallines d'Al-0,1%Mn, identiques à celle utilisées par [Quey 2009] et [Barou 2009-b]. Un lingot brut de coulée de composition Al-0,1%Mn a été fourni par Alcan CRV. Une tôle épaisse (27mm), prélevée au centre du lingot, a été laminée à froid par Claude Varillon ($\epsilon = 60\%$), afin de « casser » la microstructure grossière de solidification. Un traitement de recristallisation de 5mn à 530°C a permis d'obtenir une taille finale de grains d'environ $250\mu\text{m}$. Aucun traitement d'homogénéisation n'a été ajouté afin d'éviter une croissance drastique des grains recristallisés. Enfin, des éprouvettes de compression plane de dimensions $6,95 \times 8 \times 10\text{mm}$ ont été usinées.

D'après [Quey 2009], le matériau résultant ne présente aucune texture cristallographique particulière, comme le montre l'ODF de la Figure III-4. Cette analyse a été réalisée sur plus

de 5000 grains analysés à partir de plusieurs échantillons afin d'évaluer statistiquement la texture.

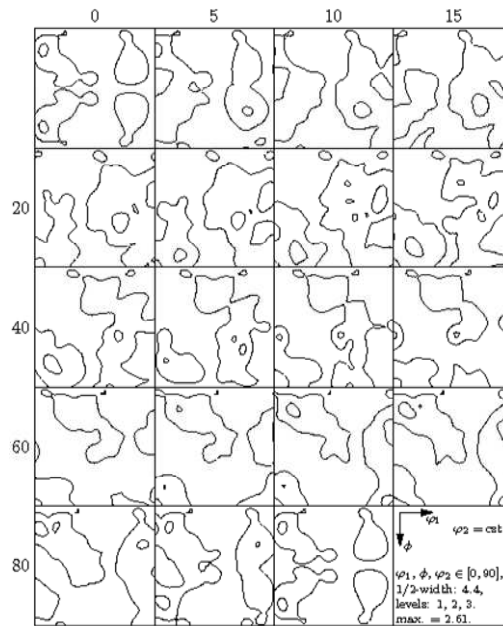


Figure III-4 :ODF du polycristal Al-0.1%Mn avant déformation (plus de 5000 grains analysés). Le matériau n'est pas texturé ($f_{\max}=2,6$). [Quey 2009]

3. TRAITEMENTS THERMOMECHANIQUES

Nous signalons d'abord que tous les échantillons, déformés et recuits, ont été conservés au congélateur afin d'éviter une éventuelle restauration à la température ambiante.

3.1. Compression plane type *Channel-Die*

Le dispositif de compression plane de type *Channel-Die*, présenté dans la Figure III-5, est très souvent utilisé en laboratoire pour simuler un essai de laminage au cœur d'un échantillon. Le repère de référence est celui typiquement utilisé en laminage.

La compression plane a été réalisée au moyen d'une machine servo-hydraulique Schenck à une vitesse de déformation constante (dans notre cas 10^{-2} s^{-1}). Les taux de déformation dans notre étude sont généralement exprimés de la manière suivante (h_0 et h_f , hauteurs initiale et finale) :

$$\text{- en taux de déformation « vraie » } \varepsilon = -\ln\left(\frac{h_f}{h_0}\right),$$

La largeur fixe du couloir est de 7mm. Les dimensions initiales des échantillons monocristallins et polycristallins sont de 10x8x6,95mm (DNxDLxDT). Les échantillons sont

enrobés de trois couches de ruban Téflon afin de limiter le frottement au cours de la déformation. Cette procédure est répétée à chaque passe de déformation, généralement équivalente à 30% de réduction d'épaisseur. Pour les échantillons très fortement déformés ($\epsilon > 1$), un redimensionnement des échantillons est effectué et les extrémités (cisailées ou non) sont découpées au moyen d'une scie à fil diamanté ($\varnothing=300\mu\text{m}$). Le très faible écrouissage induit par les découpes n'affecte pas la déformation.

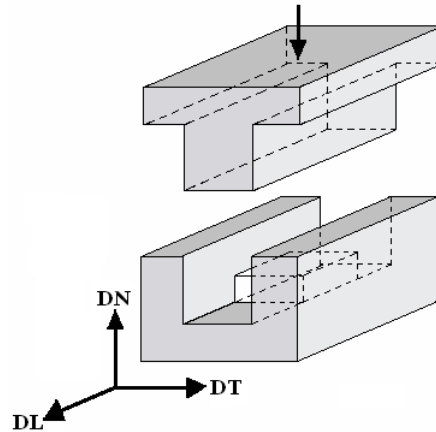


Figure III-5 : Compression plane type « Channel-Die »

Le dépouillement des courbes force-déplacement, pour obtenir la déformation moyenne ϵ et la contrainte moyenne σ , tient compte de la rigidité du montage, de la variation d'épaisseur du lubrifiant et du modèle de frottement de Tresca. La méthode utilisée à l'EMSE est décrite dans [Basson et al. 1998]. Dans les courbes (σ - ϵ) présentées dans le manuscrit, les contraintes correspondent à la contrainte verticale appliquée sur la face de compression.

3.2. Recuits expérimentaux

3.2.1. Bain de sel

Les recuits expérimentaux pour l'étude de la restauration des monocristaux ont été effectués dans un four à bain de sel à des températures de 246°C, 264°C, 306°C et 322°C. Les échantillons déformés sont découpés à la scie à fil diamantée, les réduisant à une taille de quelques millimètres afin d'exploiter au maximum le peu de matière disponible. Pour des températures élevées pour lesquelles la recristallisation s'amorce en surface ($T > 260^\circ\text{C}$), les échantillons sont polis électrolytiquement sur toute la surface pour enlever l'écrouissage. Les échantillons sont ensuite mis dans le bain de sel dans des nacelles en fil de nickel. Afin d'obtenir une bonne homogénéisation de la température, le temps minimal de recuit est de 6s.

3.2.2. Recuits ex-situ

L'analyse de la germination de la recristallisation a consisté en une étude de l'évolution de la microstructure de déformation à l'aide d'observations EBSD et de recuits ex-situ à 275°C et 300°C. Ce travail a été réalisé lors de mon séjour à IIT-Bombay.

Les échantillons, préalablement polis mécaniquement sur la section DL-DN, ont été polis électrolytiquement sur toute la surface, assurant l'analyse EBSD et éliminant l'écrouissage de surface. Les observations EBSD (~ 150µm-300µm) ont été réalisées exactement sur la même aire d'analyse avant et après recuit (four à air) pour corréler directement les sous-structures locales de déformations avec la germination de grains recristallisés. Le principe de la méthode est exposé dans la Figure III-6 pour un recuit à 300°C. Cette méthodologie est très facile à mettre en œuvre. Elle ne nécessite pas d'un dispositif de platine chauffante dans le microscope comme pour des études in-situ antérieures [Huang et Humphreys 1999] [Lens et al. 2005].

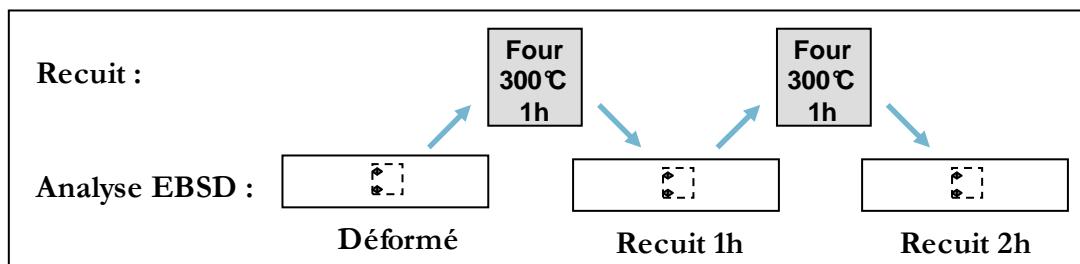


Figure III-6 : Méthode de recuits ex-situ.

4. TECHNIQUES DE CARACTERISATION

Pour toutes les méthodes de caractérisation, les zones analysées sont situées au cœur de l'échantillon, assurant l'hypothèse d'une compression plane idéale.

4.1. Préparation des échantillons

La préparation des échantillons nécessite une manipulation délicate et précautionneuse, notamment pour les monocristaux faiblement déformés (donc relativement mous) et pour les échantillons de petites dimensions. Un résumé des protocoles est présenté dans le Tableau III-5.

En général, les échantillons découpés selon la section souhaitée (disque diamanté ou scie à fil diamanté) sont enrobés dans une résine à froid (méthacrylate de méthyle). Ensuite, un

polissage mécanique est effectué sur des papiers abrasifs SiC de granulométrie 800, 1000 et 2500, puis sur des disques feutrés avec des pâtes diamantées de 3µm et 1µm.

Tableau III-5 : Paramètres de préparation des échantillons selon les différentes études

Etude	Méthode	Taille de l'éch.	Support pour polissages mécanique / électrolytique	Polissage électrolytique	
μ-structure de déformation	EBSD	1 cm ²	Résine à froid	Contact électrique avec languette d'Aluminium	28V – 20s
	μ-dureté	0,5 cm ²		20V – 18s	
Restauration	μ-dureté	0,04 cm ²	Résine à froid	-	-
	EBSD	0,04 cm ²	Résine à froid	Désenrobage. Polissage sur toute la surface	15V – 6s (Dispositif externe)
	RX	0,07 cm ²	Collage sur support d'une vis μ-métrique	Polissage sur toute la surface	
Germination	EBSD	0,07 cm ²	Résine à froid	Désenrobage. Polissage sur toute la surface	11V – 20s (IIT-Bombay)

Lorsqu'un polissage électrolytique est nécessaire, celui-ci est effectué avec une solution commerciale A2-Struers à une température de 0°C. La tension et le temps de maintien dépendent de la taille des échantillons. Pour des échantillons massifs, une languette d'Aluminium est soudée avant enrobage afin d'assurer le contact électrique pour le polissage électrique. Le polissage a été réalisé dans un premier temps à l'aide d'un dispositif standard fabriqué à l'EMSE (récipient avec refroidissement intégré). A la fin de ma thèse, le dispositif de polissage Struers LectroPol 5 a été utilisé. Pour des échantillons de faible dimension, les échantillons sont désenrobés et un polissage électrolytique sur toute la surface a été réalisé dans le dispositif externe de la machine LectroPol 5.

4.2. Microdureté

La norme NF A03-253 impose que les empreintes de microdureté soient espacées de plus de six diagonales de l'empreinte (et trois diagonales de l'extrémité de l'échantillon), avec un minimum de cinq empreintes. Conformément à cette norme, les mesures de microdureté Vickers ont été réalisées sur un microduromètre MXT 70 sur les sections DL-DN avec une charge de **25g**. Les diagonales des empreintes varient ainsi entre 30 et 40 µm.

Les mesures de microdureté obtenues sont parfaitement reproductibles dans le cadre de notre étude et ont toujours été réalisées avec les mêmes paramètres.

4.3. MEB-EBSD

La diffraction des électrons rétrodiffusés ou technique EBSD (*“Electron Back Scattered Diffraction”* en anglais) permet de cartographier l’arrangement cristallin d’une microstructure. Elle est associée au microscope électronique à balayage (MEB).

Le principe de l’EBSD est présenté Figure III-7. Le faisceau d’électron incident va engendrer une diffusion inélastique des électrons. Ces électrons ainsi rétrodiffusés vont être diffractés sur les plans cristallins lorsque la loi de Bragg est satisfaite (équation (23)).

$$2d_{hkl} \cdot \sin \theta_{hkl} = n\lambda \quad (23)$$

Deux cônes de diffraction de Kossel sont alors engendrés pour chaque plan cristallin diffractant. L’interception des deux cônes de Kossel avec un écran phosphore forme une ligne de Kikuchi. L’ensemble des lignes de Kikuchi définit de manière très précise l’orientation du cristal diffractant. La transformée de Hough est ensuite utilisée pour déterminer l’orientation.

La surface à analyser est inclinée de 70° par rapport à l’horizontale pour optimiser la quantité d’électrons diffractés en direction de l’écran phosphore. En effet, la profondeur d’échappement des électrons est plus faible lorsque l’échantillon est incliné.

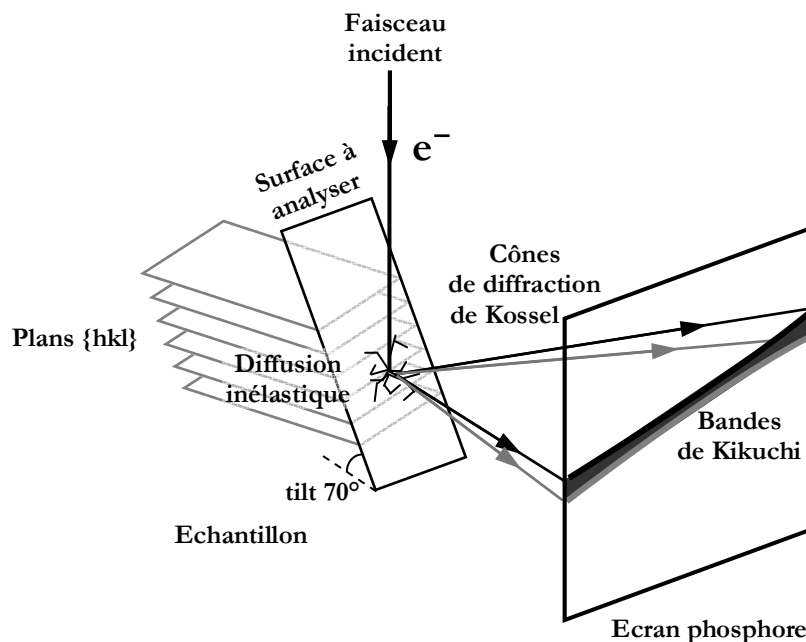


Figure III-7 : Principe de l’EBSD : diffraction des électrons rétrodiffusés pour les plans $\{hkl\}$.

Le Tableau III-6 résume les paramètres utilisés pour l’acquisition de cartographies sur les trois microscopes MEB-FEG (« *Field Emission Gun* ») haute résolution utilisés. La caractérisation microstructurale à l’échelle des sous-grains est au cœur de toutes les études menées au cours de la thèse. Ainsi, le pas d’acquisition de 0,1 μm est apparu le plus adéquat

quant à la résolution spatiale et au temps d'acquisition total d'une cartographie EBSD (taille ~80x80µm).

Tableau III-6 : Paramètres EBSD employés au cours de la thèse.

MEB-FEG	Tension d'accélération	Distance de travail	Logiciel	Pas d'acquisition	Résolution espace de Hough
JEOL 6500F	20kV	18.1mm	HKL	0.1µm	100
ZEISS	20kV	15mm	Channel 5	(quelquefois 0.05µm à 3µm)	
FEI Quanta 3D	20kV	16mm	TSL-EDX	0.1µm	

4.4. Analyse des profils des pics de DRX

Une analyse des profils des pics de diffraction des rayons X (DRX) a été effectuée pour caractériser l'évolution microstructurale des monocristaux au cours de recuits modérés. Nous ne rappellerons que les concepts généraux développés par [Borbély et Groma 2001] utilisant la méthode des moments (sans rappeler la théorie). Cette méthode prend en compte le comportement asymptotique du second ordre et du quatrième ordre des moments restreints (MR) de la distribution de l'intensité diffractée. Le $k^{\text{ième}}$ ordre des MR se définit ainsi :

$$M_k(q) = \frac{\int_{-q}^q q'^k I(q') dq'}{\int_{-\infty}^{\infty} I(q') dq'} \quad (24)$$

où $I(q)$ est la distribution de l'intensité en fonction de q . La variable q est définie dans l'espace réciproque des angles de diffraction θ autour du centre du pic telle que :

$$q = 2 / \lambda (\sin(\theta) - \sin(\theta_0)) \quad (25)$$

θ_0 l'angle de Bragg exact,
 λ la longueur d'onde du faisceau RX.

[Guiglionda et al. 2004] ont rappelé la formulation des moments restreints du deuxième ordre M_2 et du quatrième ordre M_4 pour de larges domaines cohérents :

$$M_2(q) = \frac{1}{\pi^2 \varepsilon_F} q + \frac{\Lambda \langle \rho \rangle}{2\pi^2} \ln \left(\frac{q}{q_0} \right) \quad (26)$$

$$\frac{M_4(q)}{q^2} = \frac{1}{3\pi^2 \varepsilon_F} q + \frac{\langle \rho \rangle}{4\pi^2} \quad (27)$$

$\langle \rho \rangle$: densité moyenne de dislocations
 ε_F : taille du domaine cohérent
 Λ : constante

Récemment, [Borbély et al. 2006] ont formulé les moments M_2 et M_4 pour des domaines

cohérents ε_F de faible dimension. Des termes en ε_F s'ajoutent alors aux équations (26) et (27) :

$$M_2(q) = \frac{1}{\pi^2 \varepsilon_F} q - \frac{1}{4\pi^2} \frac{L}{K^2 \varepsilon_F^2} + \frac{\Lambda \langle \rho \rangle}{2\pi^2} \ln \left(\frac{q}{q_0} \right) \quad (28)$$

$$\frac{M_4(q)}{q^2} = \frac{1}{3\pi^2 \varepsilon_F} q + \frac{\Lambda \langle \rho \rangle}{4\pi^2} + \frac{3\Lambda \langle \rho \rangle}{(2\pi)^4 \varepsilon_F} \frac{\ln(q/q_2)}{q} \quad (29)$$

K : constante de Scherrer
 L : paramètre d'effilement
 Λ, q_0 et q_2 : constantes

Selon ces formulations (28) et (29), A. Borbély a développé un programme de dépouillement des profils des pics de diffraction. Pour notre étude, ce dernier a été utilisé afin d'évaluer la densité de dislocation apparente ρ^* et la taille des domaines cohérents ε_F . Ensuite la densité de dislocation « vraie » ρ est calculée à partir de ρ^* selon la relation décrite par [Borbély et al. 2000] avec g le vecteur de diffraction, b le vecteur de Burgers et C le facteur de contraste :

$$\rho^* = \frac{\pi}{2} g^2 b^2 \rho C \quad (30)$$

Le facteur de contraste C est dérivé des constantes d'élasticité du matériau et dépend de l'anisotropie du matériau. Pour des alliages d'aluminium déformés, l'hypothèse que les dislocations sont réparties sur tous les plans $\{111\}$, et donc pas uniquement sur les plans de glissement activés, peut être formulée. Nous avons utilisé le programme ANIZC compilé par [Borbély et al. 2003] pour calculer C . Cependant, l'incertitude liée à son calcul peut être relativement importante.

Le dispositif de DRX très haute résolution de l'EMSE est présenté Figure III-8. Le faisceau de RX est généré à partir d'une anti-cathode de cuivre (45V, 40mA). Après réflexion dans le monochromateur Bartels (4 cristaux de Germanium (220)), le faisceau ne transmet que la raie $K\alpha_1$ du cuivre. Le faisceau diffracté sur l'échantillon est ensuite de nouveau purifié dans le monochromateur triple axe.

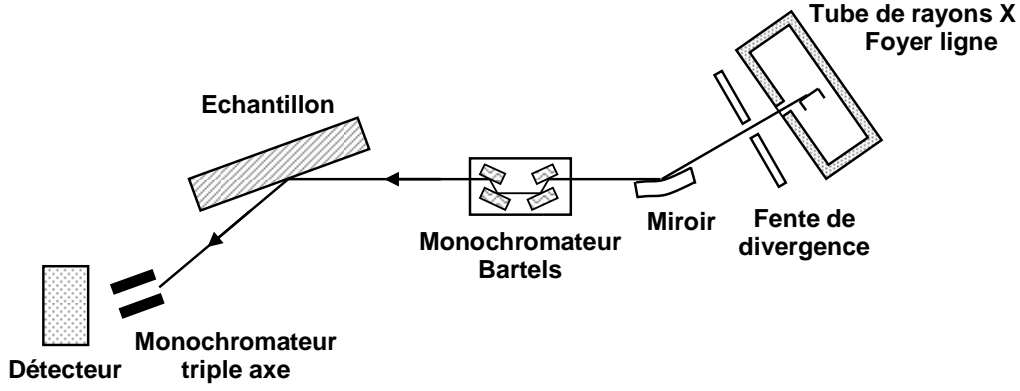


Figure III-8 : Dispositif de DRX très haute résolution de l'EMSE.

5. ANALYSE DE LA STRUCTURE DES MICROBANDES

Les cartographies EBSD standard ne révèlent pas de façon précise la structure des microbandes. Afin de les mettre en évidence, nous avons développé deux cartographies EBSD spécifiques. La controverse quant à la nature des microbandes a été le moteur d'une analyse précise et systématique de leur inclinaison dans les microstructures déformées.

5.1. Cartographies EBSD spécifiques

Un programme de traitement des données EBSD (*langage C*) a été écrit pour générer des cartographies EBSD. Ce programme est basé sur le système des quaternions Q (voir Annexe B.4) avec l'aide précieuse de la librairie d'orientation Orilib, développée par [Quey 2008]. Les sous-grains, constituant une microbande, ont généralement subi un même chemin de rotation au cours de la déformation. Nous avons donc choisi de réaliser des cartographies EBSD spécifiques, mettant en évidence des zones possédant un axe de désorientation similaire par rapport à l'orientation moyenne Q_{moy} de l'ensemble de la cartographie. Ces représentations sont relativement similaires à celle proposée par [Van Boxel et al. 2005].

5.1.1. Calcul de l'orientation moyenne

Les quaternions Q peuvent définir une orientation cristalline (décrite par la rotation des repères \mathcal{R}_L vers \mathcal{R}_C). Comme illustré dans la Figure III-9, l'orientation moyenne Q_{moy} peut être calculée selon la relation suivante pour un ensemble d'orientations Q_i , avec $i \in \{1, 2, \dots, n\}$:

$$Q_{\text{moy}} = \left(\sum_{i=1}^n Q_i \right) / \left(\left| \sum_{i=1}^n Q_i \right| \right) \quad (31)$$

En réalité, le calcul de l'orientation moyenne n'est pas aussi trivial : d'après la symétrie cubique du réseau cfc, il existe 24 Q possibles pour décrire une orientation et il y a une équivalence entre Q et $-Q$. Pour ces raisons, une méthode de calcul itérative a été utilisée pour calculer Q_{moy} : une orientation de référence, par exemple Q_1 , est comparée à l'orientation Q_2 , choisie de telle sorte que la désorientation entre Q_1 et Q_2 soit minimale. L'orientation moyenne Q_{moy} obtenue est comparée à Q_3 et ainsi de suite... Cette procédure est appliquée dans le programme grâce à la routine `ol_set_mean_iter` de la librairie Orilib.

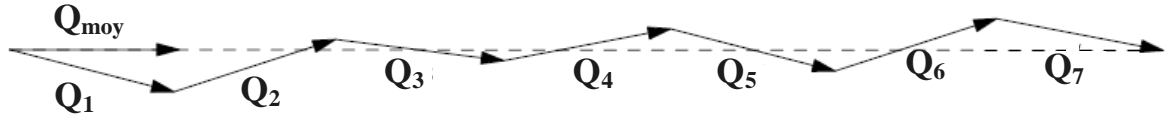


Figure III-9 : Calcul de l'orientation moyenne Q_{moy} pour un ensemble d'orientations Q_i [Quey 2008].

5.1.2. Axes de désorientation \underline{r}

La première représentation graphique consiste à attribuer un code couleur spécifique pour définir un axe de rotation entre l'orientation Q d'un pixel et Q_{moy} . Pour cela, nous définissons la désorientation entre une orientation particulière Q et Q_{moy} par **un axe de désorientation \underline{r}** (vecteur unitaire) et un **angle de désorientation $\delta\theta$** . Un angle négatif équivaut à changer le signe de \underline{r} avec $\delta\theta \in [0^\circ, 180^\circ]$.

Les vecteurs \underline{r} sont définis dans le repère de laminage \mathcal{R}_L . Leur ensemble décrit une sphère ($|\underline{r}| = 1$). Un code couleur informatique est attribué à chaque point de cette sphère, pour lequel les trois couleurs primaires Rouge, Bleu et Vert (R, B, V) sont associées aux coordonnées (x, y, z) du vecteur \underline{r} :

$$\begin{aligned} R &= 128 \cdot (1 + x) \\ B &= 128 \cdot (1 + y) \\ V &= 128 \cdot (1 + z) \end{aligned}$$

La Figure III-10 illustre le code couleur sous la forme de projections stéréographiques sur les deux hémisphères portées par $\underline{r} = -\text{TD}$ (gauche) et par $\underline{r} = +\text{TD}$ (droite) sur la section DL-DN. Ainsi, chaque pixel de la cartographie EBSD aura une couleur bien spécifique, associée à un axe de désorientation. La Figure III-11 résume schématiquement leur construction. Une zone dont la désorientation par rapport à Q_{moy} s'effectue autour de l'axe $+\text{DT}$, i.e. $\underline{r} = (0, +1, 0)$ aura une couleur RBV = (128, 255, 128), soit une couleur bleue. Si la rotation s'effectue autour de $-\text{DT}$, i.e. $\underline{r} = (0, -1, 0)$, la zone aura une couleur RBV = (128, 0, 128), soit une couleur kaki. Il faut noter qu'une telle représentation ne fournit pas d'information sur les valeurs des angles de désorientation.

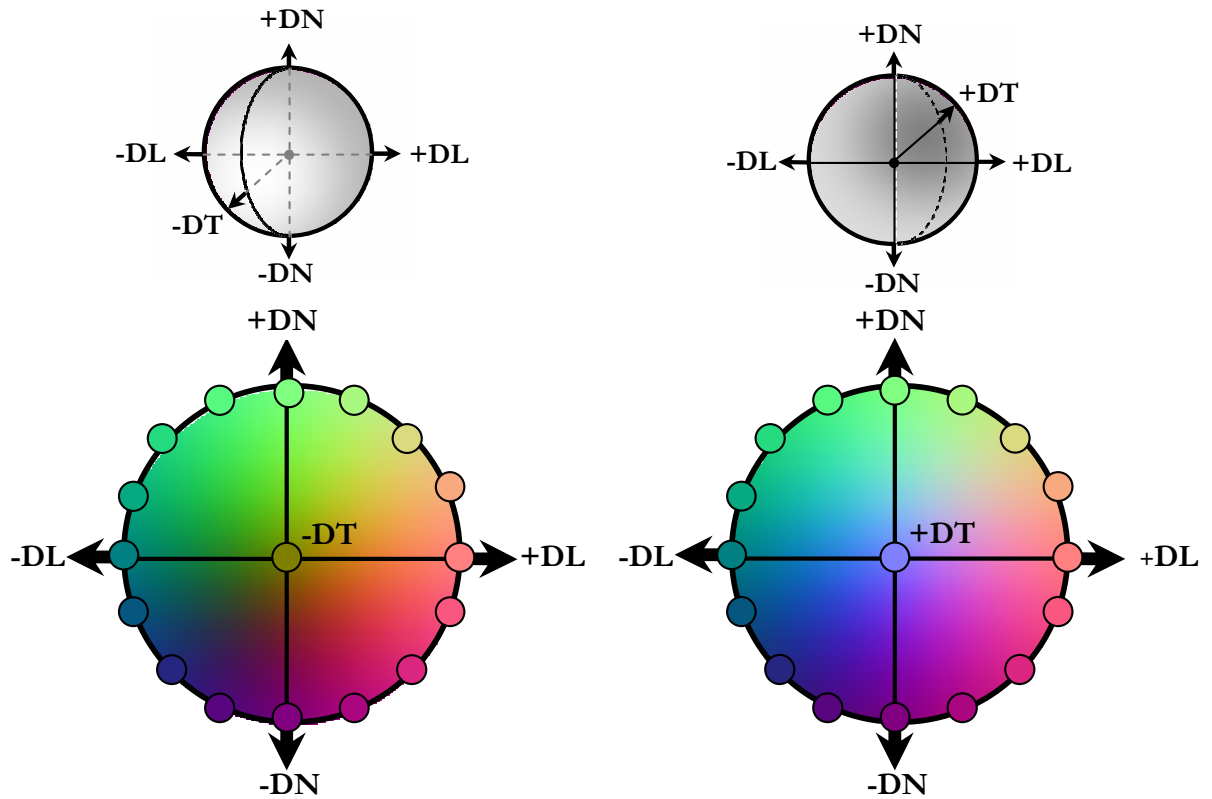


Figure III-10 : Code couleur pour les cartographies des \underline{r} , représenté par une projection stéréographique sur le plan DL-DN de l'hémisphère -DT (gauche) et de l'hémisphère +DT (droite).

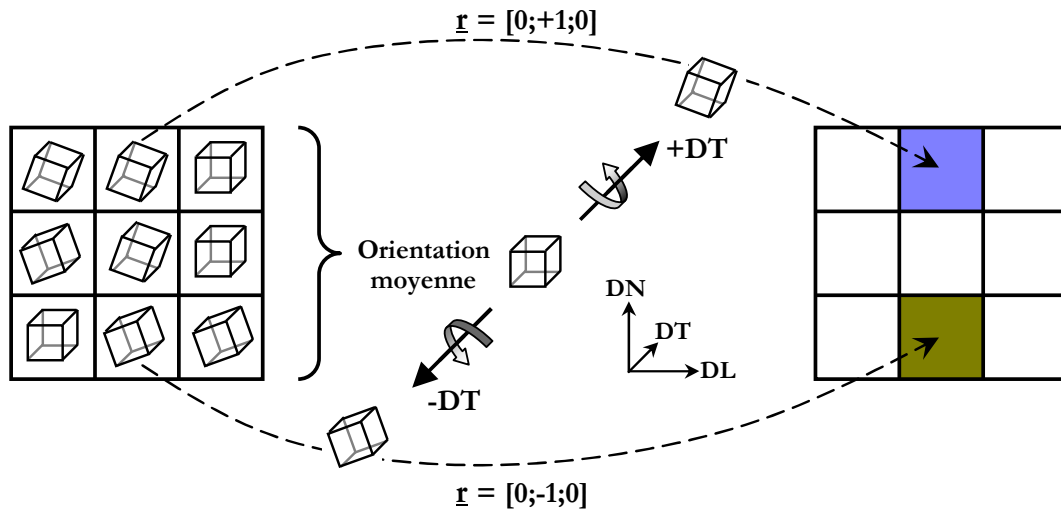


Figure III-11 : Figure : Construction de la cartographie des \underline{r} , à partir des données cristallographiques EBSD et du code couleur associé.

5.1.3. Vecteurs de Rodrigues \underline{R}

Afin de visualiser graphiquement les désorientations $\delta\theta$, les **vecteurs de Rodrigues \underline{R}** ont servi à la deuxième représentation des cartographies EBSD. \underline{R} est défini de la façon suivante :

$$\underline{R} = \tan(\delta\theta/2) \cdot \underline{r} \quad (32)$$

La direction de \underline{R} est portée par \underline{r} et sa norme est fonction de $\delta\theta$. Pour la représentation graphique, les trois couleurs primaires RBV sont associées aux coordonnées de \underline{R} dans le repère \mathcal{R}_L . Cette représentation se différencie des cartographies des \underline{r} par la contribution de $\delta\theta$ associée à la luminosité de la couleur. Une valeur seuil de la désorientation maximale $\delta\theta_{\max}$ (donc R_{\max}) doit être définie pour normaliser le vecteur \underline{R} . Voici la définition du code couleur RBV pour la représentation d'un vecteur $\underline{R}(x',y',z')$:

$$\begin{aligned} 0 &\leq |\underline{R}| \leq R_{\max} \\ R &= 128 + x' / R_{\max} \\ B &= 128 + y' / R_{\max} \\ V &= 128 + z' / R_{\max} \end{aligned}$$

Un aperçu du code couleur est illustré dans la Figure III-12. Si une zone est peu désorientée par rapport à la moyenne, soit $\underline{R} \approx (0,0,0)$, la couleur associée sera RBV = (128,128,128), i.e. une couleur grise. De plus, avec une telle définition des couleurs, plus la désorientation maximale est faible ($\delta\theta_{\max}$ faible), plus le contraste de couleur est important. Par ailleurs, un pixel, qui serait plus désorienté que $\delta\theta_{\max}$ par rapport à l'orientation moyenne, aura une teinte blanche.

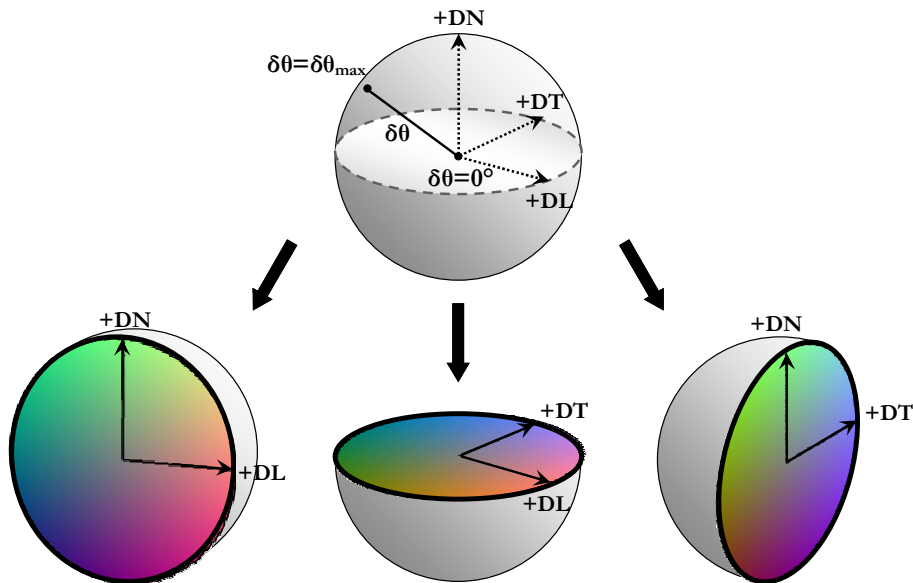


Figure III-12 : Code couleur pour la représentation des \underline{R} sur trois coupes de la sphère. Tous les vecteurs \underline{R} sont contenus dans la sphère de rayon R_{\max} . Le centre de la sphère correspond à $\delta\theta = 0^\circ$ (gris).

5.1.4. Intérêt pour monocristaux stables en laminage

Sachant que les monocristaux Goss, Laiton et S sont stables en laminage au moins jusqu'à des déformations de l'ordre de 1 (voir Chapitre § IV), nous pouvons faire l'hypothèse que l'orientation moyenne après déformation (calculées grâce aux données EBSD) correspond

approximativement à l'orientation initiale du monocristal déformé. En effet, un angle de désorientation typique de $2-4^\circ$ est trouvé entre l'orientation moyenne et l'orientation idéale du monocristal considéré.

Les cartographies des \underline{r} et des \underline{R} permettent alors de visualiser la manière dont tournent les microbandes et les sous-grains par rapport à l'orientation initiale. La Figure III-13 montre l'intérêt des deux représentations EBSD spécifiques. Pour cet exemple de monocristal Al99,99% d'orientation Laiton déformé à $\varepsilon = 0,15$, les cartographies classiques en Band Contrast et IPF ne présentent que vaguement des traces de microbandes. En revanche, les cartographies des \underline{r} et des \underline{R} font apparaître un contraste microstructural plus important. Les couleurs les plus représentées sont le bleu mauve et le kaki, qui spécifient une rotation autour d'un axe proche de $\pm DT$ au sein des microbandes.

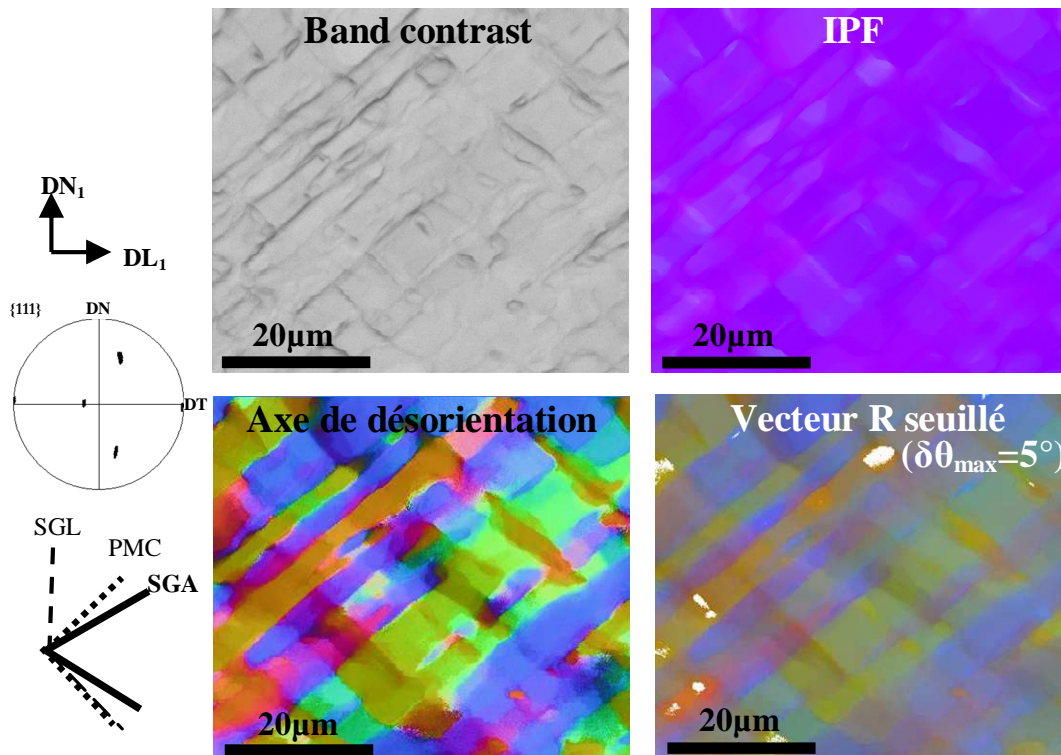


Figure III-13 : Amélioration du contraste microstructural, révélé par les cartographies des \underline{r} et des \underline{R} : monocristal Al99,99 Laiton ($\varepsilon = 0,15$).

5.1.5. Problèmes potentiels

Un des problèmes potentiels avec ce type de représentation est l'incertitude liée aux axes de désorientations. En effet, pour de faibles angles de désorientation, il apparaît difficile de définir un axe de rotation (de façon évidente, pour $\delta\theta = 0$, il n'y a pas d'axe de rotation !).

Ce problème a été traité par [Bate et al. 2005]. Les auteurs suggèrent que la précision angulaire de l'axe est donnée par l'expression $\tan^{-1}(\alpha/\theta)$, avec α la précision angulaire de la

technique (environ $0,5^\circ$ pour un MEB-FEG) et θ l'angle de désorientation mesuré. De manière générale, le maximum de θ se situe autour de 10° pour les monocristaux déformés aux petites déformations. Ainsi, selon cette approche, la meilleure précision angulaire d'un axe de désorientation serait autour de $2,8^\circ$. Pour des valeurs typiques de $2-4^\circ$, l'incertitude sur l'axe serait autour de $10-15^\circ$.

5.2. Analyse des parois des microbandes

5.2.1. Calcul de la trace des plans

En premier lieu, il faut tout d'abord prendre garde à l'interprétation des alignements des traces observées sur les cartographies EBSD. En effet, une accumulation d'erreurs de manipulation entraîne inévitablement des erreurs de parallélisme ; la section d'analyse ne peut jamais être parfaitement parallèle à la section idéale du repère \mathcal{R}_L . Voici une liste non exhaustive de quelques erreurs couramment rencontrées en cours de préparation :

- orientation initiale du monocristal orienté à $1-2^\circ$ près de l'orientation idéale
- erreur de quelques degrés sur la découpe de l'échantillon
- position de l'échantillon lors de l'enrobage pour le polissage
- disposition de l'échantillon dans la chambre d'analyse du MEB

Ainsi, dans le cadre de notre étude, les alignements des microbandes ont été déterminés en comparant les **inclinaisons calculées à l'aide des données cristallographiques EBSD** avec les inclinaisons des parois observées sur les cartographies.

Au cours de l'analyse des microstructures (Chapitre § IV), il a pu être très vite confirmé que les désorientations $\delta\theta$ développées dans les monocristaux déformés Goss, Laiton et S en petite déformation sont relativement faibles, de l'ordre de $1-4^\circ$. Ainsi, **les traces des plans {111} des monocristaux déformés ont été calculées à partir de l'orientation moyenne**. De plus, l'approximation de la trace des plans de cisssion maximale a été calculée en faisant l'hypothèse que l'orientation initiale du monocristal correspond exactement à l'orientation idéale Laiton, Goss ou S. La méthode de calcul de la trace des plans est présentée dans l'Annexe C. Cette dernière réduit l'erreur de placement de l'échantillon dans le microscope (dont les axes apparents sont indiqués avec un indice « 1 », par exemple DT_1).

Sur la plupart des cartographies EBSD présentées dans ce manuscrit, les traces des **systèmes de glissement activés (SGA)** ou **latents (SGL)** sont indiquées, ainsi que l'approximation de la trace des plans de **cisssion maximale (PMC)**.

5.2.2. Incertitude de l'alignement des microbandes

L'incertitude sur l'alignement exact des microbandes a été discutée par les groupes de Risø [Winther et al. 2004] et de Manchester [Hurley et al. 2003-a] [Humphreys et Bate 2006]. Deux autres problèmes majeurs sont les aspects non linéaires et les variations spatiales de l'orientation. Ainsi, les alignements des microbandes sont par nature seulement approchés puisque les microbandes deviennent rapidement détruites en segments qui forment des angles variés avec les directions de l'échantillon, comme par exemple DL. Un second problème est que, dans les grains déformés de la plupart des matériaux, il existe une large dispersion des orientations locales et en théorie, les microbandes devraient être reliées à des paramètres locaux plutôt qu'à leurs moyennes. Dans notre cas, les très petites dispersions d'orientation nous permettent d'analyser les microbandes à partir de l'orientation moyenne sans une grande perte de précision.

IV EVOLUTION DES MICROSTRUCTURES DE DEFORMATION

Ce chapitre est consacré à l'évolution des microbandes au cours de la déformation. L'influence de l'orientation cristalline sera tout d'abord analysée à l'aide de monocristaux Al-0,1%Mn d'orientations Laiton, Goss et S. Ensuite, une analyse systématique de l'inclinaison des microbandes en fonction de la teneur en soluté sera présentée pour le cas de monocristaux Laiton contenant trois teneurs en soluté (Al99,99% ; Al-0,1%Mn et Al-0,3%Mn). Nous pourrons ainsi répondre à la controverse sur la nature des microbandes de petites et moyennes déformations. Une caractérisation des différences microstructurales en grande déformation sera également réalisée. Enfin, un mécanisme d'évolution des microstructures sera proposé, en fonction des différents stades d'écrouissage.

1. CARACTERISATION DES MICROBANDES

Afin de caractériser l'alignement des microbandes sur les systèmes de glissement activés (SGA) ou sur les plans de cisssion maximale (PCM), nous présenterons les calculs de plasticité cristalline pour les trois orientations Laiton, Goss et S. Dans la revue bibliographique, nous avons introduit la controverse concernant la nature des microbandes de petites et moyennes déformations. Ces dernières ont été principalement caractérisées au MET par le groupe de Risø et à l'EBSD par le groupe de Manchester (voir § II.1). Nous montrerons alors que la caractérisation des microbandes par les cartographies EBSD spécifiques (\underline{r} et \underline{R}) et par MET donne des informations similaires. Nous montrerons ensuite la structure tridimensionnelle des microbandes analysée avec les cartographies EBSD.

Pour rappel, les traces des **systèmes de glissement activés (SGA)** ou **latents (SGL)** sont indiquées sur les cartographies EBSD, ainsi que l'approximation de la trace des plans de **cisssion maximale (PCM)**.

1.1. Systèmes de glissement activés et plans de cisssion maximale

Les calculs de plasticité cristalline pour la détermination des systèmes de glissement sont basés sur la minimisation du travail interne des glissements [Taylor 1938] et sur la maximisation du travail externe des forces non imposées [Bishop et Hill 1951]. Les calculs ont été effectués grâce au programme de simulation réalisé par Claire Maurice.

Les conditions aux limites pour une déformation de compression plane de type *Channel-Die* sont les suivantes : le couloir empêche les déplacements selon DT ($\varepsilon_{11} = -\varepsilon_{33}$) ; seuls les cisaillements ε_{13} et ε_{12} sont autorisés ($\varepsilon_{23}=0$) et les faces libres (DT-DN) annulent les composantes de la contrainte ($\sigma_{11} = \sigma_{12} = \sigma_{13} = 0$). Le tenseur des contraintes et le tenseur des déformations sont alors :

$$\sigma_{ij} = \begin{pmatrix} 0 & 0 & 0 \\ 0 & \sigma_{22} & \sigma_{23} \\ 0 & \sigma_{23} & \sigma_{33} \end{pmatrix} ; \varepsilon_{ij} = \begin{pmatrix} \varepsilon_{11} & \varepsilon_{12} & \varepsilon_{13} \\ \varepsilon_{12} & 0 & 0 \\ \varepsilon_{13} & 0 & -\varepsilon_{11} \end{pmatrix}$$

Le Tableau IV-1 rappelle la notation de Bishop et Hill définissant les systèmes de glissement $\{111\}\langle 110\rangle$. Le Tableau IV-2 indique les vitesses de glissement $\dot{\gamma}$ calculées sur ces systèmes pour les orientations Laiton, Goss et S. Les valeurs non nulles indiquent les SGA.

- L'orientation Laiton possède 2 SGA avec une intensité équivalente : $(-a_1$ et $+b_2)$ pour Br_I et $(+a_2$ et $-b_1)$ pour Br_{II} . Si les deux systèmes s'activent à la même vitesse, les rotations induites par les systèmes de glissement s'annulent et l'orientation est stable (avec cependant un cisaillement ε_{12} significatif) ;
- L'orientation Goss possède 4 SGA : $(-a_1, +a_2, -b_1$ et $+b_2)$. Ils correspondent à la combinaison des SGA de Br_I et de Br_{II} ;
- L'orientation S possède 4 SGA qui évolue au cours de la déformation ; mais un système est nettement plus important que les autres. Il correspond à $-a_1$ pour l'orientation S_{IV} .

Les facteurs de Taylor des orientations Laiton et Goss sont identiques et valent 2,45. Pour l'orientation S, le facteur de Taylor a une valeur proche de 3.

Tableau IV-1 : Notation de Bishop et Hill définissant les SGA des matériaux cfc avec les indices de Miller.

Plan {hkl}	(1 1 1)			(-1 -1 1)		
Direction <uvw>	[0 1 -1]	[-1 0 1]	[1 -1 0]	[0 -1 -1]	[1 0 1]	[-1 1 0]
Notation	a₁	a₂	a₃	b₁	b₂	b₃
Plan {hkl}	(-1 1 1)			(1 -1 1)		
Direction <uvw>	[0 1 -1]	[1 0 1]	[-1 -1 0]	[0 -1 -1]	[-1 0 1]	[1 1 0]
Notation	c₁	c₂	c₃	d₁	d₂	d₃

Tableau IV-2 : Vitesse de glissement $\dot{\gamma}$ sur les systèmes de glissement en fonction de l'orientation cristalline.

	a_1	a_2	a_3	b_1	b_2	b_3	c_1	c_2	c_3	d_1	d_2	d_3
Br_I	-1,22	0	0	0	1,22	0	0	0	0	0	0	0
Br_{II}	0	1,22	0	-1,22	0	0	0	0	0	0	0	0
G	-0,61	0,61	0	-0,61	0,61	0	0	0	0	0	0	0
S_{IV}	($\epsilon=0,2$)	-2,52	0	0,62	0	0,08	0	0	<0,01	0	0	0
	($\epsilon=1$)	-2,21	0	0,69	0	0,32	0	0	<0,01	0	0	0
	($\epsilon=1,5$)	-1,83	0	0,66	0	0,68	0	0	<0,01	0	0	0

L'arrangement des SGA dans le repère \mathcal{R}_L est illustré dans la Figure IV-1. Les angles formés par la trace des SGA et la direction DL sur la section DL-DN sont indiqués sur les schémas. Les traces sont symétriques pour les orientations Laiton ($\pm 30^\circ$) et Goss ($\pm 35,5^\circ$). Pour l'orientation S_{IV}, la trace du SGA possédant le plus d'intensité est inclinée de $+40,6^\circ$.

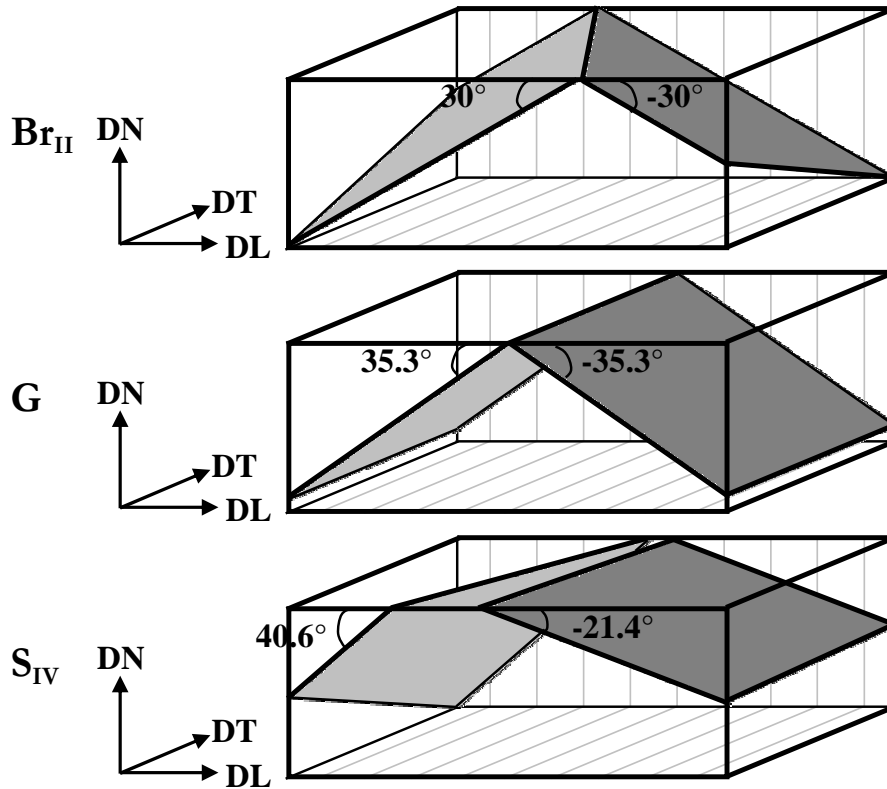


Figure IV-1 : SGA pour les monocristaux Br_{II}, G et S_{IV}.

Dans notre étude, nous comparerons ces inclinaisons aux inclinaisons des plans de cisssion maximale (PCM) afin de caractériser la nature des microbandes. Ces plans forment un angle de $\pm 45^\circ$ avec DL comme indiqué dans la Figure IV-2.

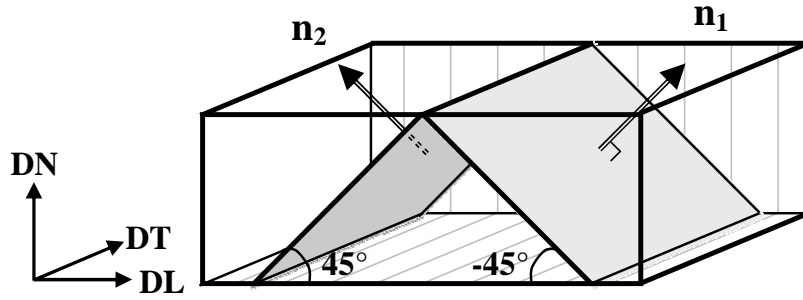


Figure IV-2 : PCM en laminage

L'orientation Laiton est particulièrement intéressante pour cette étude étant donné que les PCM et les SGA peuvent être facilement distingués. En effet, les angles formés par les deux familles de plans sont toujours supérieurs à 15° (voir Tableau IV-3). La stabilité de cette orientation présente aussi l'avantage que les SGA restent fixes dans l'espace au cours de la déformation. C'est pourquoi nous présenterons une caractérisation plus approfondie des microstructures de déformation des monocristaux Laiton.

Tableau IV-3 : Inclinaisons des SGA et PCM sur les trois sections d'un monocristal Laiton (Br_{II})

Sections	Inclinaison / ^t à	$+a_2$	PCM 1	$-b_1$	PCM 2
DL-DN	DL	30°	45°	-30°	-45°
DT-DN	DT	22.2°	0°	-22.2°	0°
DL-DT	DL	-54.7°	90°	-54.7°	90°

1.2. Complémentarité MET / EBSD

La complémentarité entre les micrographies MET et les cartographies EBSD spécifiques (\underline{r} et \underline{R}) réalisées avec un pas de $0,1\mu\text{m}$ est illustrée dans la Figure IV-3 pour un même monocristal Al-0,3%Mn d'orientation Laiton déformé à $\varepsilon = 0,5$. La micrographie MET montre un alignement de microbandes rectilignes, de largeur moyenne autour de $\sim 1\text{-}3\mu\text{m}$. Une structure cellulaire, avec des parois de dislocations incidentes, est située au cœur de ces bandes. De façon similaire, la cartographie des vecteurs de Rodrigues \underline{R} , réalisée avec un seuil de désorientation de $\delta\theta_{\text{max}}=4^\circ$, révèle un arrangement de deux jeux de microbandes inclinées, de largeur $\sim 1\text{-}3\mu\text{m}$. Ces bandes sont caractérisées par des zones ayant des axes de désorientations proches (i.e. couleurs similaires sur la cartographie EBSD spécifique).

Pour notre étude, nous avons donc choisi de réaliser l'étude des microbandes à l'aide de la technique EBSD qui permet d'étudier statistiquement de plus larges aires représentatives avec une précision proche de la technique MET.

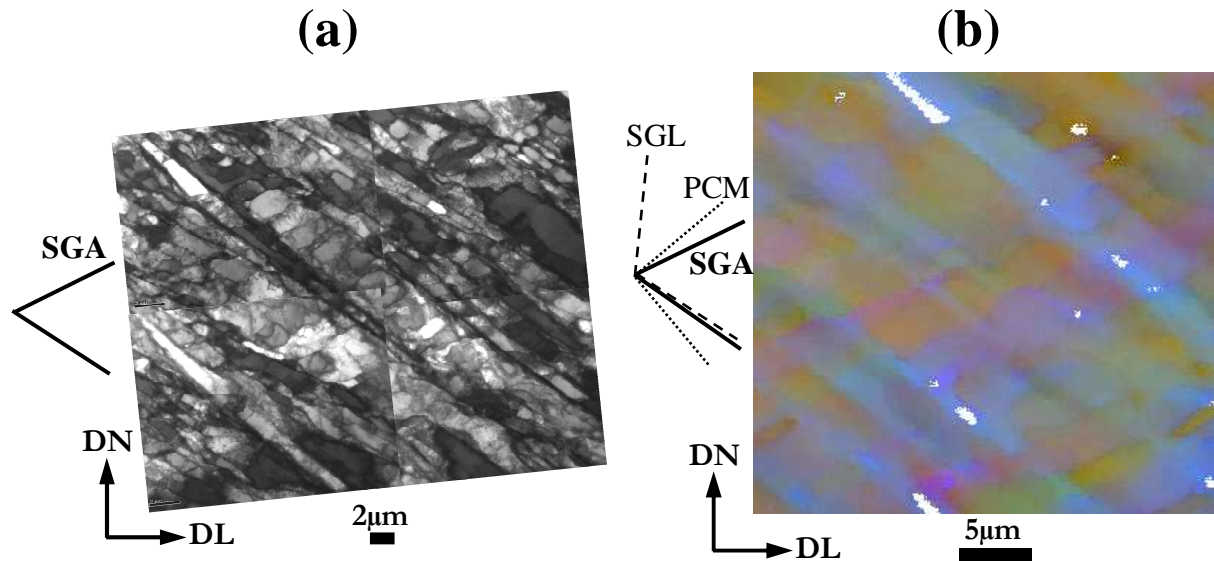


Figure IV-3 Microbandes de déformation d'un monocristal Laiton déformé ($\epsilon=0,5$) : (a) Micrographie MET (réalisée par H. Paul, IMIM, Cracovie, Pologne) et (b) cartographie EBSD des \underline{R} ($\delta\theta_{\max}=4^\circ$).

1.3. Structure tridimensionnelle des microbandes

Les cartographies EBSD spécifiques des \underline{r} et \underline{R} effectuées sur les trois sections d'un même échantillon ont des couleurs similaires et révèlent des bandes bien orientées et alignées. L'exemple d'un monocristal Laiton Al-0,3%Mn déformé à $\epsilon = 0,15$ est présenté dans la Figure IV-4, avec des cartographies EBSD des \underline{r} . Comme attendu, il y a une bonne correspondance entre les axes de désorientation sur les trois sections, qui sont représentées principalement en bleu et en kaki. Ceci traduit une rotation autour d'un axe proche de $\pm DT$, comme le montre également les dispersions d'orientation des figures de pôles. Les trois sections donnent ainsi une bonne idée de la structure tridimensionnelle des microbandes. Elles apparaissent en volume sous la forme d'épaisses plaques.

Sur les cartographies de la Figure IV-4 sont également indiquées les traces des SGA, SGL et PCM. Nous constatons alors que des segments de parois de microbandes s'alignent sur les SGA et d'autres sur les PCM sur les trois sections analysées. Le sujet de la controverse n'est donc pas forcément contradictoire. Afin d'étudier plus en détails les inclinaisons des microbandes pour situer les éléments de la controverse, nous étudierons de manière systématique la section DL-DN pour la suite de l'étude.

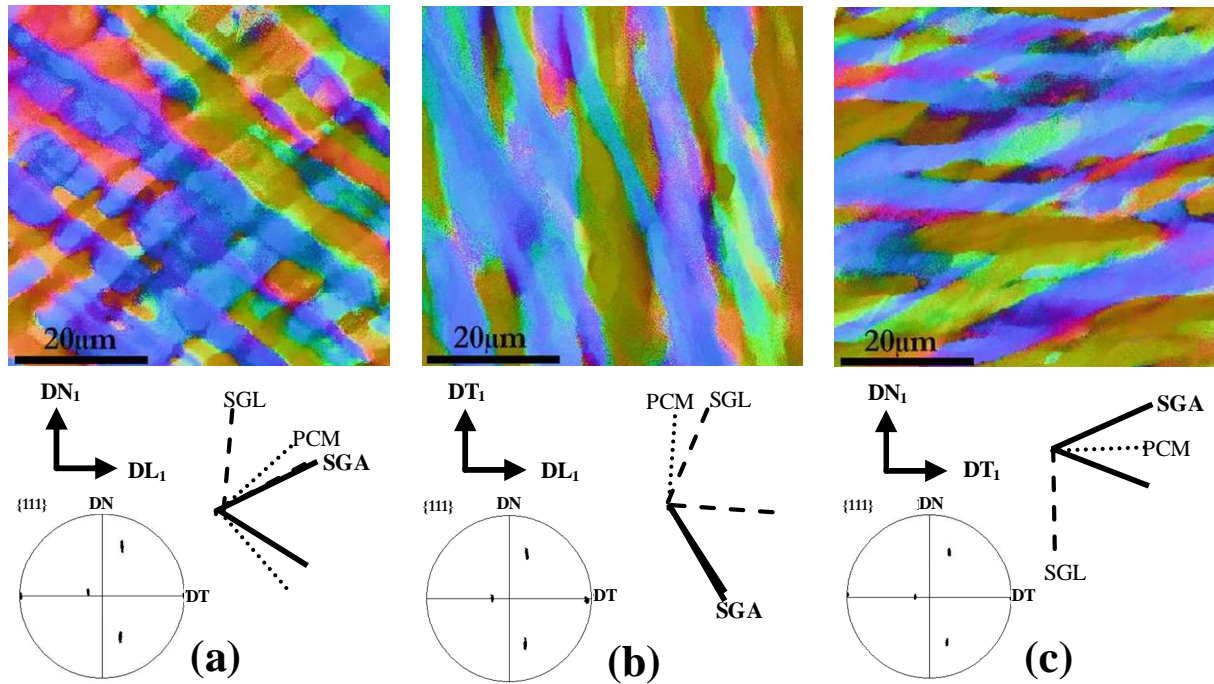


Figure IV-4 : Cartographies des \underline{r} d'un monocristal Laiton Al-0,3%Mn ($\epsilon = 0,15$) sur les trois sections DL-DN ; DL-DT et DT-DN. En (b), un mauvais positionnement dans le microscope fait que la trace du PCM ne s'aligne pas sur DT₁.

2. INFLUENCE DE L'ORIENTATION CRISTALLINE – MONOCRISTAUX AL-0,1%Mn

Dans cette partie sont présentées les évolutions microstructurales globales des monocristaux Al-0,1%Mn d'orientations Laiton, Goss et S au cours de la déformation. Nous analyserons ainsi l'influence de l'orientation cristalline sur les microbandes de déformation.

2.1. Comportement mécanique

L'étude des monocristaux déformés en compression plane met clairement en évidence les différences de propriétés mécaniques. Les courbes de contrainte-déformation des monocristaux Al-0,1%Mn d'orientations Laiton, Goss et S sont présentées dans la Figure IV-5 ; les courbes d'un polycristal Al-0,1%Mn (avec une taille de grain initiale de $\sim 250\mu\text{m}$) sont également ajoutées. Lorsque les échantillons ne sont pas suffisamment lubrifiés, nous observons sur les courbes de contrainte-déformation une importante augmentation de la contrainte à la fin de la passe due au frottement entre l'échantillon et la matrice ou le poinçon du *Channel-Die*.

Comme rappelé dans le paragraphe § II.1.1.2, les différents stades d'écrouissage se caractérisent de la manière suivante : un taux d'écrouissage constant très élevé pour le stade II ; puis le taux d'écrouissage décroît linéairement au stade III et il redevient constant au stade IV. Ainsi, les différents stades d'écrouissage peuvent être déterminés qualitativement grâce aux courbes contrainte-déformation. Pour les trois monocristaux, les stades d'écrouissage apparaissent à peu près aux mêmes déformations : stade II pour $\varepsilon < 0,15$; stade III pour $0,15 < \varepsilon < 0,7$; et stade IV pour $\varepsilon > 0,7$. Au stade IV, l'orientation Laiton est la plus molle, atteignant ~80MPa aux grandes déformations, suivie de l'orientation Goss (~90MPa) ; l'orientation S est la plus dure (~110MPa). Le polycristal durcit bien plus (~140MPa). Les stades III et IV d'écrouissage semblent être atteints légèrement plus rapidement pour les échantillons plus durs (polycristal>S>Goss>Laiton).

Il est à noter que les observations microstructurales ont été réalisées après des déformations qui correspondent à la fin du stade II ($\varepsilon = 0,15$), la fin du stade III ($\varepsilon = 0,5$) et dans le stade IV ($\varepsilon = 1,6$ et $2,3$).

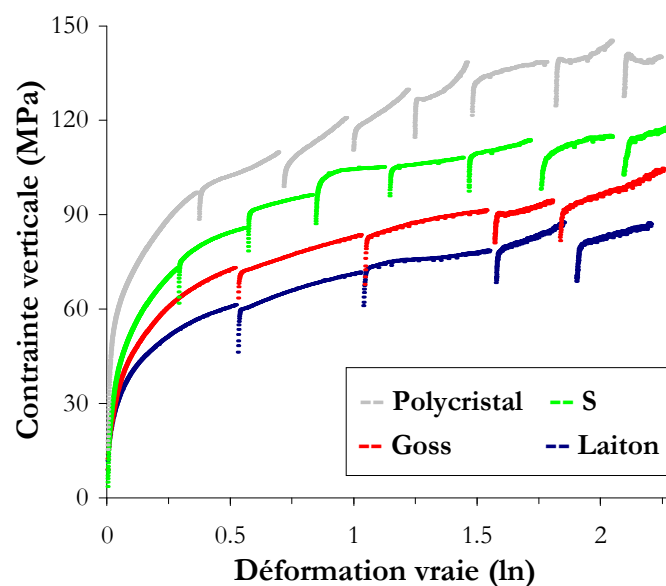


Figure IV-5 : Courbes contrainte-déformation d'éprouvettes Al-0,1%Mn déformées en Channel-Die (polycristal et monocristaux d'orientation Laiton, Goss et S).

2.2. Orientation Laiton

La Figure IV-6 illustre l'évolution typique de la structure en microbandes des monocristaux Al-0,1%Mn avec une déformation croissante (cartographies des \underline{r}). Les figures de pôles $\{111\}$ correspondantes sont indiquées sur la gauche. D'une manière générale, la désorientation par rapport à l'orientation moyenne s'effectue autour d'un axe proche de $\pm DT$ (teintes bleu/kaki des cartographies des \underline{r} , dispersion de l'orientation autour de DT sur les figures de pôles).

Clairement, aux petites déformations ($\varepsilon \leq 0,5$), deux jeux de microbandes peuvent être observés, ressemblant à une structure en échiquier. Un des deux jeux de microbandes possèdent des parois bien planes sur une large distance de l'ordre de 20-80 μm , qui apparaissent alignées selon une inclinaison particulière. Ce jeu de microbandes est appelé jeu principal. Le second jeu aussi s'incline selon des angles spécifiques et est complémentaire au premier. Il apparaît cependant moins bien prononcé et ses contours interceptent le jeu principal de microbandes. La largeur de ces bandes décroît avec la déformation. Pour les microbandes principales, elle est typiquement de 3-5 μm à $\varepsilon = 0,15$ et de 1-3 μm à $\varepsilon = 0,5$. En comparant qualitativement les traces calculées des SGA et des PCM à l'inclinaison des microbandes, nous pouvons observer que les microbandes s'alignent majoritairement sur les PCM à $\varepsilon = 0,15$ et sur les SGA à $\varepsilon = 0,5$. Une analyse détaillée de l'inclinaison des microbandes dans les monocristaux Laiton sera présentée au paragraphe § IV.3.

Aux déformations plus importantes ($\varepsilon > 1,4$), les microbandes deviennent de plus en plus segmentées. A très grande déformation, une quantité non négligeable de bandes quasiment horizontales viennent se surimposer sur la structure en « échiquier » des microbandes de petites déformations. Les parois des microbandes inclinées ne sont plus aussi droites que dans les structures peu déformées. Elles semblent perturbées par le passage des bandes de la structure lamellaire.

Les figures de pôles obtenues à partir des cartographies EBSD révèlent qualitativement que les orientations restent proches de l'orientation initiale Laiton (110)[-112] (avec une faible désorientation autour de DT). La dispersion des orientations peut être décrite quantitativement par la distribution de la fréquence des désorientations par rapport à l'orientation moyenne (pour chaque pixel). De cette manière, la Figure IV-7 montre l'évolution des désorientations pour les monocristaux d'Al-0,1%Mn d'orientation Laiton, calculée à partir des cartographies EBSD de la Figure IV-6. Une très faible dispersion des désorientations est observée, de l'ordre de $\sim 0-4^\circ$ aux petites déformations jusqu'à $\sim 1-6^\circ$ aux grandes déformations ($\varepsilon = 2,3$). Ainsi, comme le prévoit la plasticité cristalline, l'orientation Laiton reste stable tout au long de la déformation.

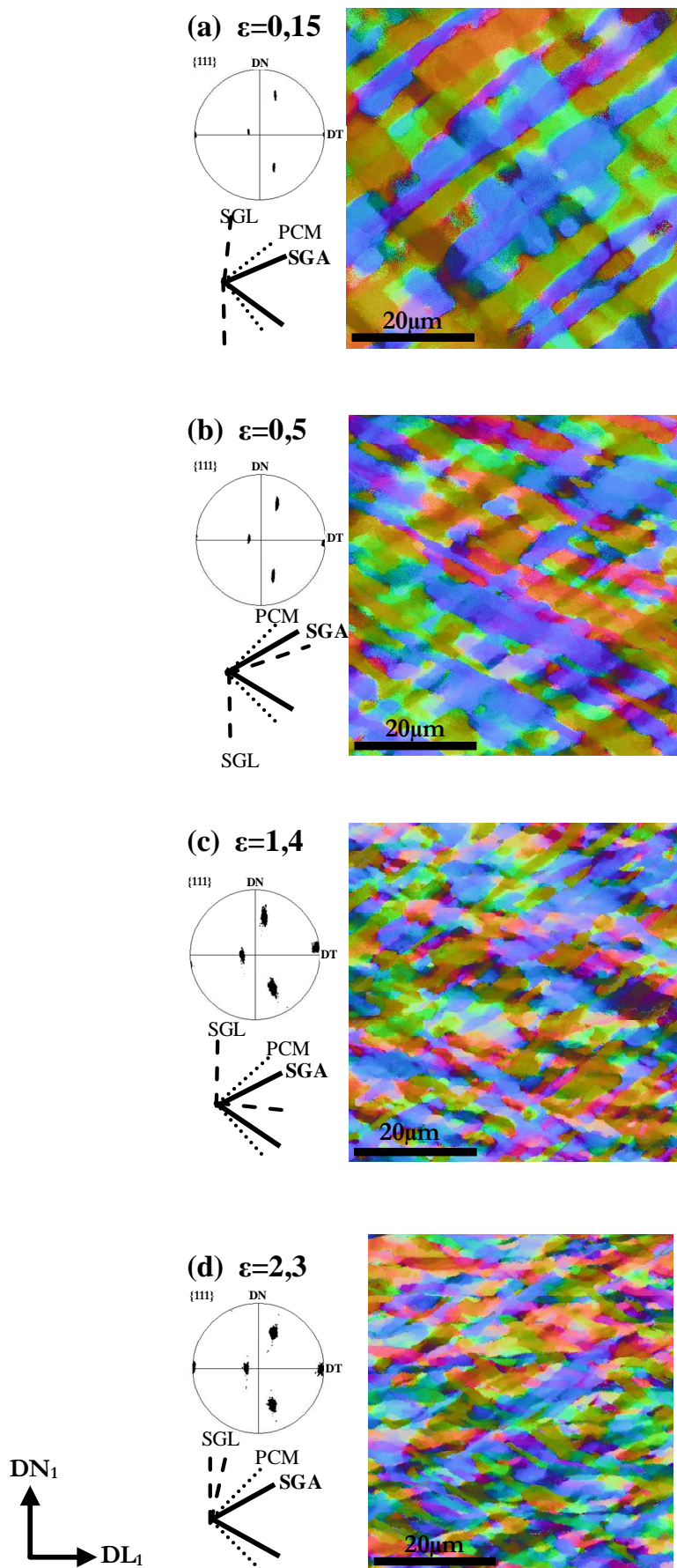


Figure IV-6 : Evolution des microbandes avec le taux de déformation des monocristaux Laiton Al-0,1%Mn ($\varepsilon = 0,15$; $0,5$; $1,4$ et $2,3$). Cartographie des \underline{r} sur la section DL-DN.

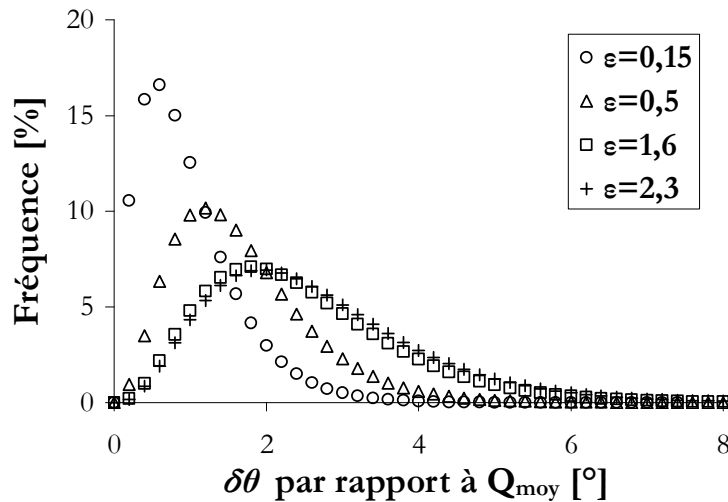


Figure IV-7 : Distribution de la désorientation par rapport à l'orientation moyenne des monocristaux Laiton Al-0,1%Mn déformés à différents taux de déformation.

2.3. Orientation Goss

L'orientation Goss ne fait pas partie des textures principales de laminage de la fibre β . Elle est néanmoins stable jusqu'à une déformation de l'ordre de 1 ($\epsilon < 1$). Ceci est illustré dans la Figure IV-8 avec les cartographies des axes de désorientation et les figures de pôles $\{111\}$ de monocristaux Al-0,1%Mn d'orientation Goss déformés à $\epsilon = 0,15$; $0,5$; $1,2$ et $2,3$.

Aux faibles déformations ($\epsilon = 0,15$), un jeu principal de microbandes (de largeur $\sim 3-5\mu\text{m}$) et un jeu secondaire (de largeur $\sim 5-10\mu\text{m}$) font apparaître une microstructure en échiquier relativement similaire à celle observée dans les monocristaux Laiton faiblement déformés. Les axes de désorientations principaux sont proches de la direction DT qui, en l'occurrence, correspond à l'axe $[1-10]$ pour l'orientation Goss $(110)[001]$.

Les microstructures analysées à partir du taux de déformation de $\epsilon = 0,5$ diffèrent des microstructures stables des monocristaux Laiton. Le jeu principal de microbandes s'aligne à la fois sur les traces des SGA ou du PCM associé. A $\epsilon = 0,5$, les microbandes semblent avoir une largeur critique de $1-2\mu\text{m}$. Cependant, le jeu secondaire des microbandes s'est transformé en épaisses bandes fragmentées dont l'inclinaison est à mi-chemin entre l'horizontale et la trace des SGA ($-35,3^\circ$). L'inclinaison semble évoluer vers un alignement horizontal comme dans la microstructure déformée à $\epsilon = 1,2$. Pour cette dernière, nous pouvons clairement observer une transition entre une structure conservant la mémoire de segments de parois inclinés du jeu principal des microbandes et l'apparition d'une structure lamellaire. Enfin à $\epsilon = 2,3$, la microstructure est presque entièrement composée de lamelles horizontales.

Cette transition est également associée à un changement d'axes de désorientation \underline{r} par rapport à l'orientation moyenne comme indiqué dans la Figure IV-9. Pour une lecture plus directe de la nature des \underline{r} , les directions $\langle uvw \rangle$ peuvent également être projetées stéréographiquement sur la section DL-DN, à la manière des pôles $\{hkl\}$ sur les figures de pôles. A $\varepsilon = 0,5$, l'axe de désorientation principal est proche de $\pm DT$; alors qu'à $\varepsilon = 2,3$, la rotation s'effectue autour de $\pm DN$. Un état transitoire est clairement observé au taux de déformation $\varepsilon = 1,2$.

En grande déformation ($\varepsilon = 2,3$), il apparaît une large dispersion des désorientations par rapport à l'orientation moyenne, de l'ordre de 2° à 18° , contrastant avec la stabilité initiale de l'orientation. Les cartographies des \underline{r} révèlent clairement une structure lamellaire, constituée de bandes alternativement désorientées autour de DN (bandes violettes et vertes sur la Figure IV-8d). Nous rappelons que l'orientation Goss $(110)[001]$ possède 4 SGA que sont $(-a_1, +a_2, -b_1$ et $+b_2)$. Il est alors probable qu'une sélection locale des SGA puisse s'effectuer au cours de la déformation. D'après des calculs de plasticité cristalline, seules les combinaisons d'une paire des SGA telles que $(+a_2$ et $-b_1)$ ou $(-a_1$ et $+b_2)$ engendrent une rotation autour de la direction DN. Elles sont identiques aux SGA des orientations Laiton Br_I et Br_{II} respectivement (voir § IV.1.1). Ceci expliquerait alors la rotation de l'orientation Goss autour de l'axe DN, qui se décomposerait pour former les deux composantes Laiton suivant le mécanisme suivant : $(110)[001] \rightarrow (110)[-112] + (110)[1-12]$.

De plus, l'orientation moyenne après une déformation de $\varepsilon=1,2$ et $\varepsilon=2,3$ est toujours proche de l'orientation idéale Goss. Cela supposerait qu'à partir d'une déformation critique de l'ordre de $\varepsilon=1$, le glissement des dislocations s'effectue de manière équivalente sur les deux nouvelles paires de SGA (semblables à celle de Br_I et Br_{II}). Ce mécanisme serait alors à la base de la structure lamellaire observée en grande déformation.

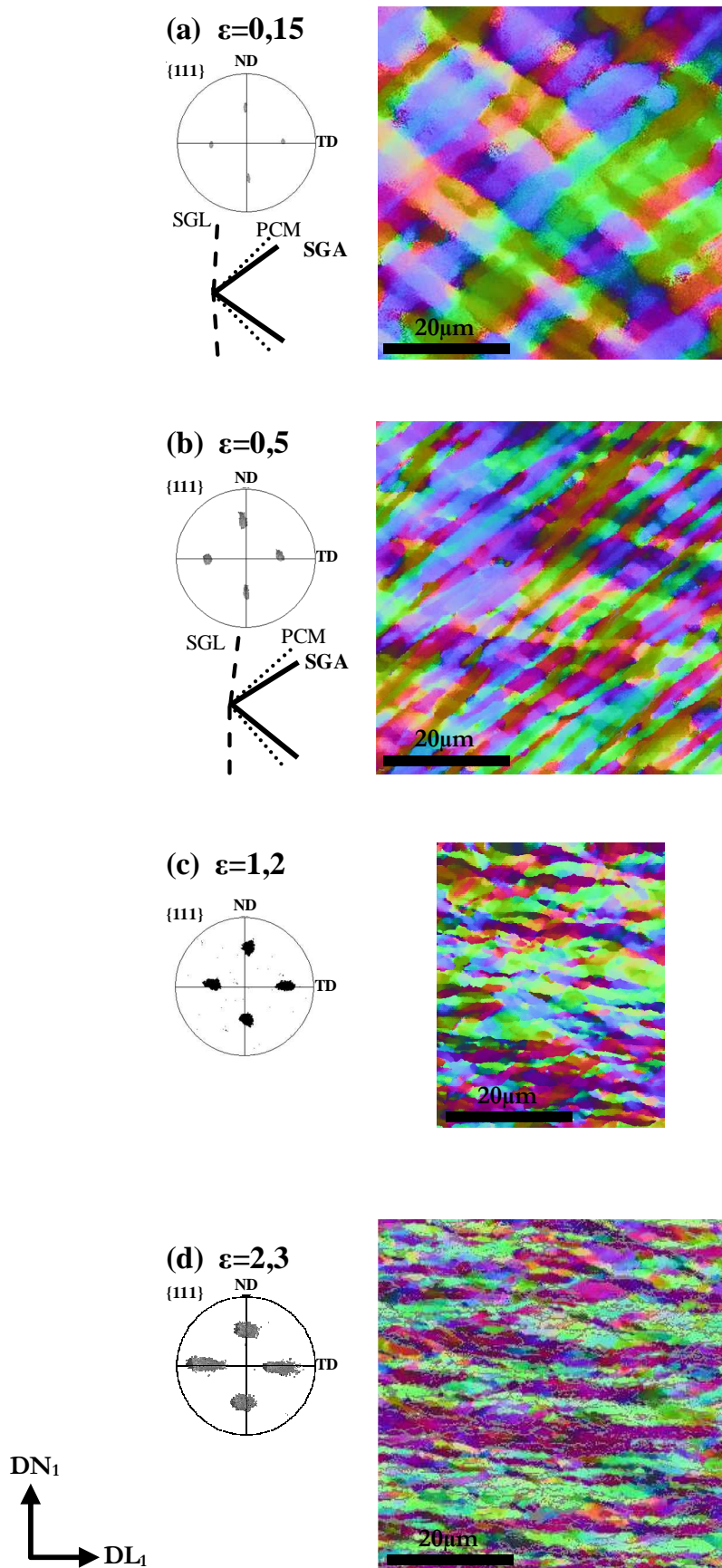


Figure IV-8 : Evolution des microbandes avec le taux de déformation des monocristaux Goss Al-0,1%Mn ($\epsilon = 0,15 ; 0,5 ; 1,2$ et $2,3$). Cartographie des \underline{r} sur la section DL-DN.

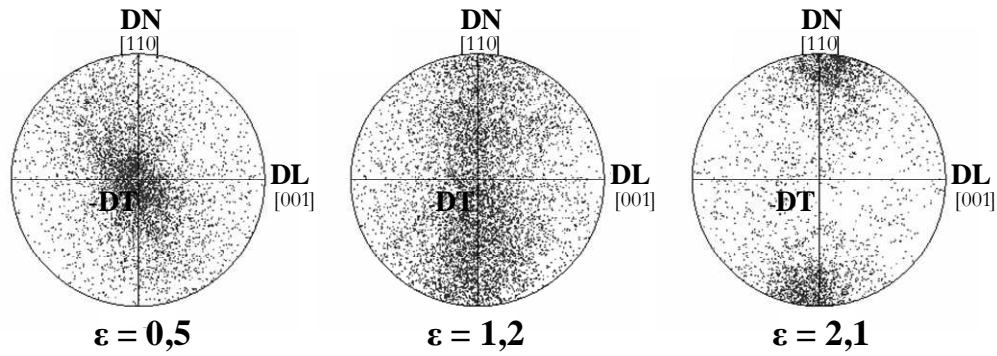


Figure IV-9 : Projection stéréographique des axes de désorientations \underline{r} des monocristaux Goss déformés.

2.4. Orientation S

Les monocristaux S analysés sur la section DL-DN ne permettent pas de distinguer les traces du SGA le plus intense et du PCM qui sont inclinées respectivement de $40,6^\circ$ et 45° par rapport à DL. Ces inclinaisons proches sont néanmoins caractéristiques du jeu principal des microbandes pour les petites et moyennes déformations, comme le montre l'évolution microstructurale de la Figure IV-10.

A $\varepsilon = 0,15$, la microstructure ne s'est pas formée uniformément. Nous avons observé deux zones pour lesquelles l'arrangement des microbandes diffère. Dans l'une, le jeu principal des microbandes est incliné de $40-45^\circ$ par rapport à DL (traces indissociables du SGA et du PCM). Dans l'autre zone, la microstructure n'est pas clairement révélée ; des bandes formant un angle de $\sim 90^\circ$ entre elles indiquent plutôt un alignement sur les deux PCM. Dans le monocristal S déformé à $\varepsilon = 0,5$, deux jeux de microbandes sont présents et sont alignés sur les traces des deux plans $\{111\}$ des SGA. Ces derniers forment des angles de $21,4^\circ$ et $40,6^\circ$ par rapport à DL, la structure symétrique en échiquier ne peut donc pas être observée comme dans les monocristaux Laiton et Goss. Le jeu principal des microbandes a une largeur de bandes de $\sim 1-2\mu\text{m}$. Une rotation partielle de segments de ses parois est observée à l'intérieur de quelques microbandes du jeu secondaire. Ceci forme la structure caractéristique en bandes « S » (voir Figure I-1). Aux plus grandes déformations ($\varepsilon > 1,5$), la microstructure reste relativement stable en terme d'orientation moyenne (d'après les figures de pôles $\{111\}$) ; mais la structure en microbandes est complètement désorganisée. La microstructure se découpe alors en fines zones de $1-2\mu\text{m}$ (possédant un axe de désorientation commun). Les segments de parois de ces cellules sont alors soit horizontaux, soit inclinés d'un angle proche de la trace des SGA ou PCM (témoignant de restes de fragments de microbandes).

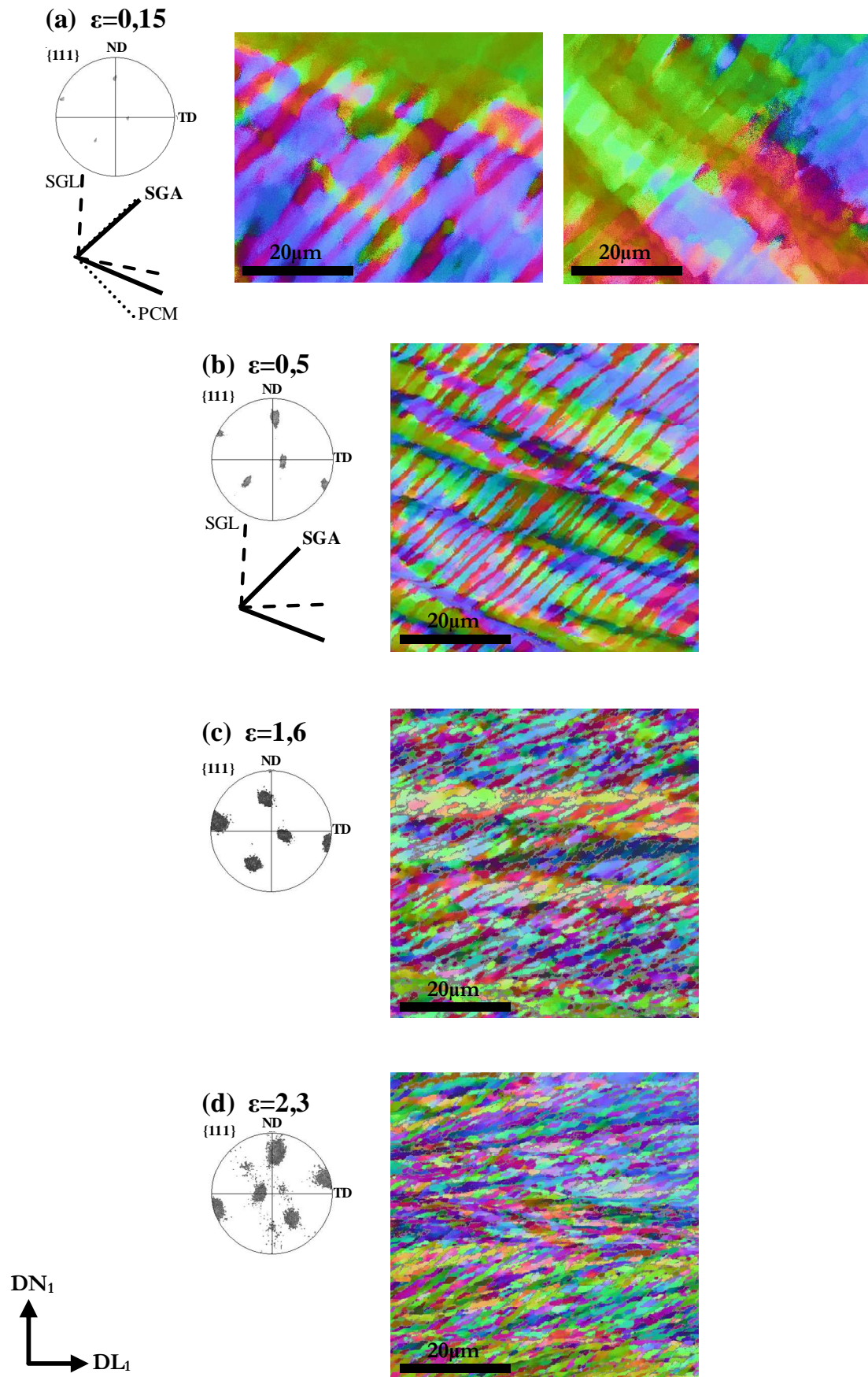


Figure IV-10 : Evolution des microbandes avec le taux de déformation des monocristaux S Al-0,1%Mn ($\epsilon = 0,15 ; 0,5 ; 1,6$ et $2,3$).

Des hétérogénéités de déformation sont observées sporadiquement dans les monocristaux S déformés en grandes déformations. Par exemple, la figure de pôles de la Figure IV-10d dévoile la présence d'une deuxième composante de l'orientation S. Ce même genre d'hétérogénéités a été observé sur la cartographie EBSD de la Figure IV-11 (section DT-DN). La matrice déformée, d'orientation S_{III} , semble avoir été localement cisailée, formant une bande d'orientation S_I complémentaire. Par ailleurs, un autre type d'hétérogénéités est identifié sous la forme de sous-grains (ou grains) qui tendent à tourner vers une composante proche de Cube (100)[001]. Pour illustrer ces hétérogénéités, les composantes proches de Cube sont teintées en rouge ($\delta\theta < 20^\circ$) et en rose ($\delta\theta < 25^\circ$).

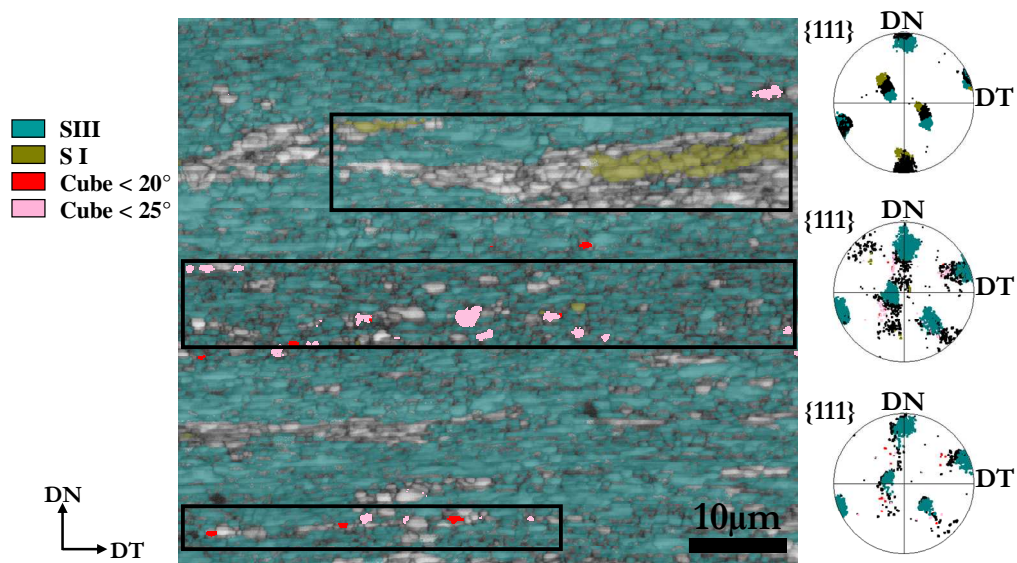


Figure IV-11 : Hétérogénéités de déformation d'un monocristal S Al-0,1%Mn déformé à ($\epsilon = 2,3$) (Cartographie EBSD du *Band Contrast* associé aux textures avec un pas de 0,1µm).

[Kamijo *et al.* 1992] avaient émis l'hypothèse de la formation d'hétérogénéités de déformation ayant une orientation proche de Cube, dans des grains orientés S, aux très grandes déformations ($\epsilon > 3$). Cependant, leurs conclusions ne sont fondées que sur des analyses de mesures de texture par RX. Aucune preuve expérimentale directe de leur existence dans les microstructures déformées n'existe. L'exemple de la Figure IV-11 pourrait alors confirmer pour la première fois les interprétations de Kamijo. En revanche, les orientations sont relativement éloignées de l'orientation idéale Cube. La déformation n'étant que de 2,3 dans notre étude ; il faudrait alors peut-être une déformation plus importante pour former des fragments de la composante Cube.

2.5. Microstructures comparées

Jusqu'à présent, nous avons traité l'évolution des microstructures de déformation des

monocristaux Al-0,1%Mn par une description principalement basée sur l'arrangement spatial des axes de désorientation (cartographies EBSD des \underline{r} et des \underline{R}). Le Tableau IV-4 résume l'évolution ainsi caractérisée de la largeur des microbandes et des bandes horizontales émergentes.

Aux faibles déformations, la largeur des microbandes décroît, étant typiquement de 3-5 μ m à $\epsilon=0,15$ et de 1-3 μ m à $\epsilon=0,5$ pour les trois monocristaux Laiton, Goss et S. Aux très faibles déformations ($\epsilon=0,15$), les microstructures ressemblent à une structure en échiquier pour les trois monocristaux ; les deux jeux de microbandes s'alignant principalement sur les PCM. Pour les déformations quelque peu supérieures ($\epsilon=0,5$), l'organisation des microstructures de déformation dépend de l'orientation cristalline. Les microbandes sont plutôt alignées sur les SGA pour les monocristaux Laiton. Le jeu principal des microbandes retient un alignement proche des PCM et des SGA pour les monocristaux Goss et S. Le jeu secondaire des microbandes est clairement aligné sur les SGA pour les monocristaux S, alors qu'il semble s'incliner vers la direction de laminage pour les monocristaux Goss.

En grande déformation ($\epsilon>1,5$), les microstructures sont très différentes. Elles peuvent néanmoins être décrites par une structure en bande (microbandes et bandes lamellaires). Les largeurs de ces dernières sont de quelques microns ; typiquement de 1-2 μ m pour l'orientation Laiton, de 1-5 μ m pour les bandes horizontales de l'orientation Goss et de 1-2 μ m pour les fragments résiduels de l'orientation S.

Tableau IV-4 : Approximation de la largeur en [μ m] des microbandes (jeu principal / jeu secondaire) et des bandes horizontales.

	$\epsilon = 0,15$		$\epsilon = 0,5$		$\epsilon = 1,2 - 1,4$			$\epsilon = 2,3$		
	Jeu princ.	Jeu second.	Jeu princ.	Jeu second.	Jeu princ.	Jeu second.	Bandes horiz.	Jeu princ.	Jeu second.	Bandes horiz.
Laiton	3-5	5-10	1-3	3-5	1-2	1-2	—	1-2	—	1-2
Goss	3-5	5-10	1-2	3-5	—	—	1-5	—	—	1-5
S	2-5	—	1-2	1-5	1-2 fragments	—	—	1-2 fragments	—	1

Nous rappelons que le contraste microstructural aux faibles déformations n'est bien révélé que par les cartographies EBSD spécifiques (\underline{r} et \underline{R}), comme illustrée dans la Figure III.13. En revanche, pour les grandes déformations, les cartographies en *Band Contrast* révèlent les microstructures, comme illustré dans la Figure IV-12. Elles apparaissent beaucoup plus fine pour les orientations Goss et S que dans les cartographies des \underline{r} . Les bandes ne sont cependant pas distinguables. La microstructure est constituée de sous-grains/cellules avec des parois de

dislocations bien délimitées (ce qui n'est pas le cas pour l'orientation Laiton). Les cellules apparaissent dans le monocristal Goss déformé avec une taille moyenne de 0,5-2 μ m. Quelques zones sans parois clairement apparentes sont allongées dans la direction DL, pouvant atteindre typiquement 5 μ m. La microstructure du monocristal S déformé semble plus homogène. La taille moyenne des cellules est alors de 0,5-1 μ m, avec quelques cellules allongées atteignant 2-3 μ m. Les segments de parois des cellules sont inclinés d'un angle proche de la trace des SGA ou PCM ou bien sont horizontaux.

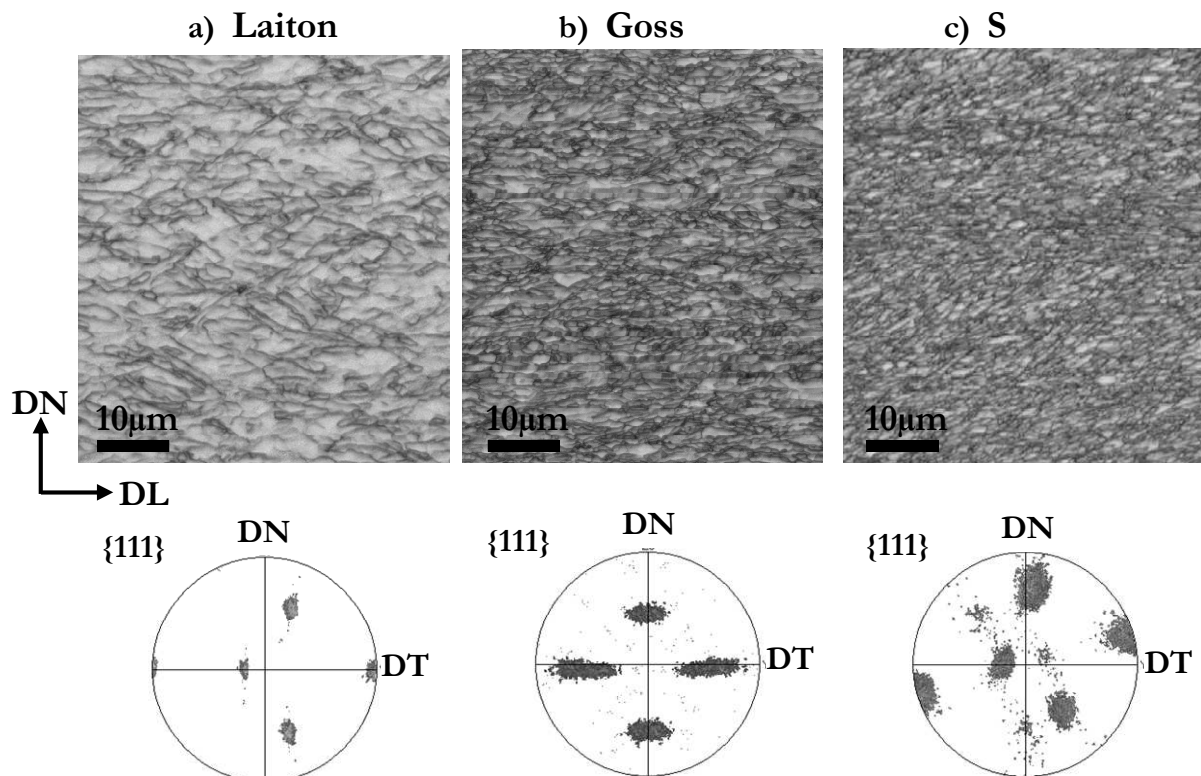


Figure IV-12 : Cartographies EBSD en *Band Contrast* des microstructures déformées à 90% des monocristaux Laiton, Goss et S. (pas de 0,1 μ m pour a) et de 0,05 μ m pour b-c)).

Les désorientations résultantes au sein des microstructures de grande déformation sont également différentes, comme illustrées par les figures de pôles de la Figure IV-12 et par les distributions de la désorientation de la Figure IV-13. Les monocristaux Laiton sont très peu désorientés avec une dispersion de l'ordre de 1° à 6°. Pour les monocristaux S et Goss, la dispersion des désorientations est beaucoup plus large, allant de 1° à 18°.

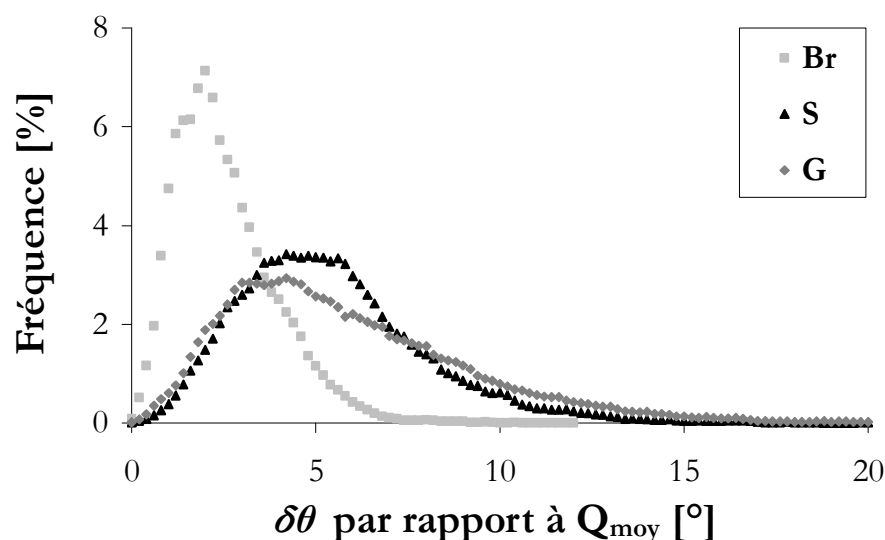


Figure IV-13 : Distribution de la désorientation par rapport à l'orientation moyenne des monocristaux Al-0,1%Mn d'orientation Laiton, Goss et S déformés à $\varepsilon = 2,3$.

3. INFLUENCE DU SOLUTE – MONOCRISTAUX AL-MN D'ORIENTATION LAITON

Nous présentons maintenant les résultats d'une analyse systématique de l'inclinaison des microbandes dans des monocristaux d'orientation Laiton d'alliages d'aluminium pur Al99,99% et de deux alliages Al-Mn (0,1m% et 0,3m%) afin de vérifier les effets de soluté. Nous rappelons que l'orientation Laiton est particulièrement intéressante pour caractériser l'alignement des microbandes étant donné que les PCM et les SGA peuvent être facilement distingués (voir IV.1.1). Des études préalables au MET ont été réalisées sur des monocristaux d'aluminium d'orientation Laiton par [Driver et al. 1994], par [Godfrey et al. 1998] et plus récemment par [Paul et al. 2008]. Cependant, pour chaque étude, une voire deux déformations seulement ($0,5 < \varepsilon < 1,5$) ont été étudiées ; les auteurs ont toujours observé un alignement des microbandes sur les SGA. Notre étude, en revanche, prend en considération l'évolution de l'inclinaison et de la structure des microbandes pour quatre taux de déformation et trois alliages d'aluminium différents. Une partie de cette étude a déjà été publiée dans [Albou et al. 2010-a].

3.1. Comportement mécanique

Les courbes de contrainte-déformation des monocristaux Laiton déformés sont présentées dans la Figure IV-14. A petite déformation, les monocristaux d'Al99,99%, Al-0,1%Mn et Al-

0,3%Mn ont des propriétés mécaniques quelque peu différentes : comme attendu, plus le taux de soluté est important, plus le cristal est dur. Par ailleurs, à partir d'une déformation d'environ 0,5, les comportements de l'Al pur et de l'Al-0,1%Mn deviennent similaires avec une faible influence du taux de soluté. Cependant, les cristaux d'Al-0,3%Mn restent toujours plus durs (~ 10 MPa). Aux grandes déformations ($\epsilon > 1$), un adoucissement dû à de la restauration post déformation apparaît entre chaque étape de déformation, et ce particulièrement pour l'aluminium pur (~ 4 MPa de différence).

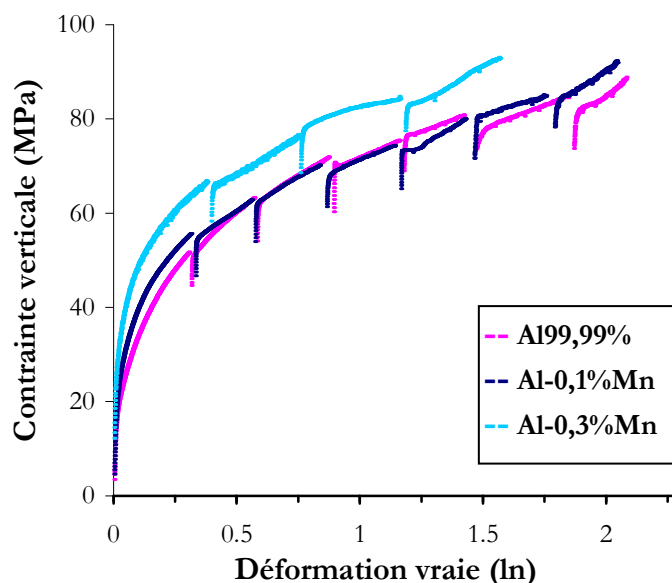


Figure IV-14 : Courbes contrainte-déformation des monocristaux d'orientation Laiton déformés en Channel-Die (Al99,99%, Al-0,1%Mn et Al-0,3%Mn).

3.2. Evolution de la désorientation

Dans le paragraphe § IV.2.2, nous avons observé que les désorientations au sein des monocristaux Al-0,1%Mn sont très faibles, même après une déformation de $\epsilon=2,3$. L'influence des atomes de Mn sur la dispersion de la désorientation pour des désorientations similaires est présentée dans la Figure IV-15. Aux petites déformations ($\epsilon = 0,15$), les cristaux d'Al-Mn sont quelque peu moins désorientés que les cristaux Al99,99%. Cependant, pour des déformations plus importantes ($\epsilon > 0,5$), les atomes de soluté ont un effet négligeable sur la désorientation. Comme indiqué dans les Figure IV-15b&c, les distributions de la dispersion des désorientations des trois monocristaux sont semblables. Aux grandes déformations, les désorientations sont similaires à celles des microstructures déformées à $\epsilon=1,6$.

La dispersion des désorientations est extrêmement faible, même pour de très grandes déformations en comparaison avec les monocristaux d'orientation Goss et S qui possèdent une dispersion d'orientation allant de 2 à 18° après une déformation de $\epsilon = 2,3$ (voir § IV.2.5).

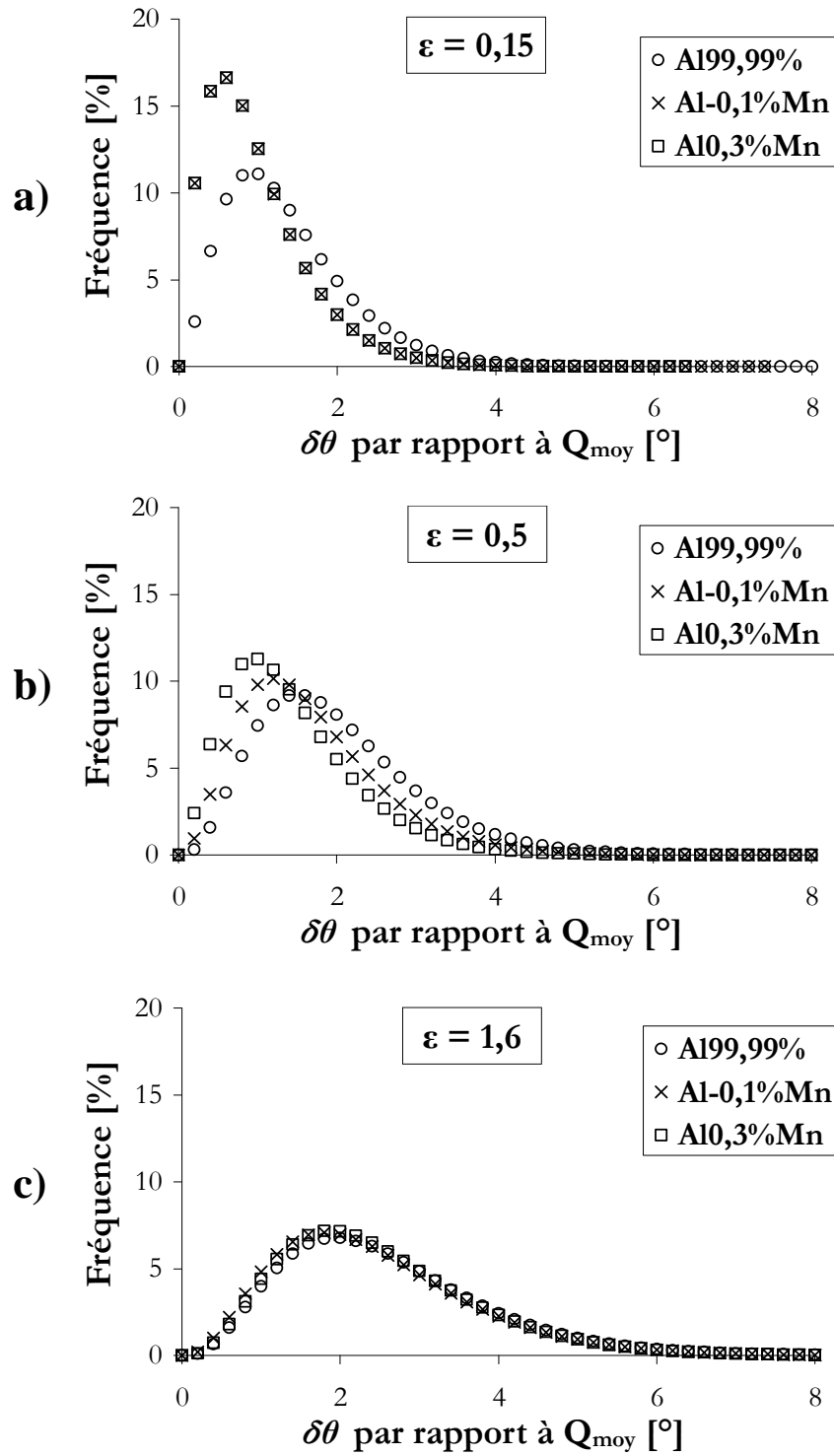


Figure IV-15 : Distribution de la désorientation par rapport à l'orientation moyenne des monocristaux d'orientation Laiton déformés à : (a) $\epsilon=0,15$; (b) $\epsilon=0,5$ et (c) $\epsilon=1,6$.

3.3. Microstructure de petites et moyennes déformations

Dans un premier temps, nous nous intéresserons plus particulièrement aux microstructures des petites et moyennes déformations afin d'évaluer l'effet du soluté sur la structure des microbandes.

3.3.1. Structure en échiquier

Dans la Figure IV-16 sont présentées les microstructures de la section DL-DN des monocristaux Laiton déformé à $\varepsilon=0,15$ et à $\varepsilon=0,5$. Les microbandes sont révélées grâce aux cartographies EBSD des vecteurs de Rodrigues \underline{R} , avec un seuil de désorientation maximale de $\delta\theta_{\max}=5^\circ$. Les zones blanches correspondent en fait aux zones dont la désorientation est supérieure à $\delta\theta_{\max}$ par rapport à l'orientation moyenne. Comme il a été présenté pour les monocristaux Laiton Al-0,1%Mn (voir § IV.2.2), deux jeux de microbandes sont présents et forment une structure en « échiquier ». Nous pouvons de même faire la distinction entre un jeu de microbandes principales, qui est plus distinct que le deuxième jeu complémentaire.

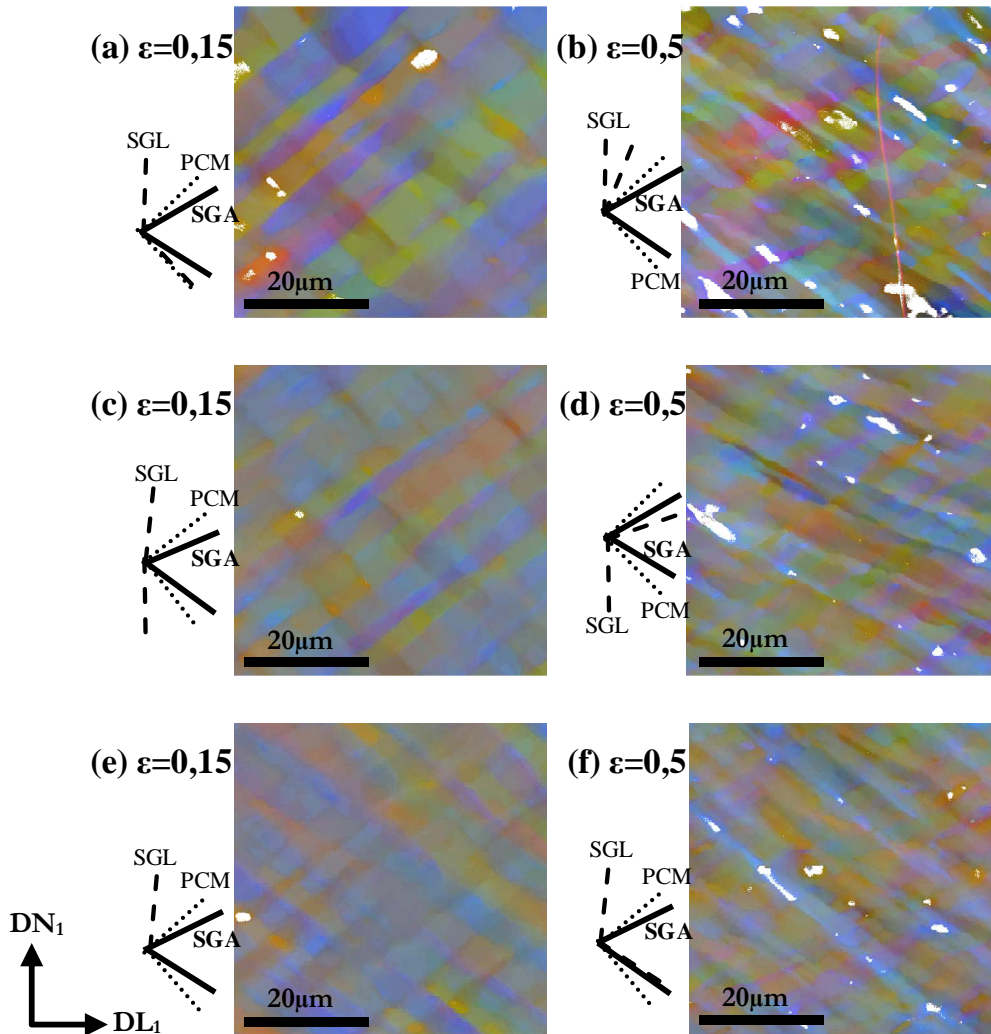


Figure IV-16 : Cartographies des \underline{R} ($\delta\theta_{\max} = 5^\circ$) des monocristaux Laiton Al99,99% (a&b) ; Al-0,1%Mn (c&d) et Al-0,3%Mn (e&f) déformés à $\varepsilon=0,15$ et $\varepsilon=0,5$.

La taille des microbandes décroît également avec la déformation. Pour les trois monocristaux Al99,99%, Al-0,1%Mn et Al-0,3%Mn, la taille des microbandes principales se situe autour de 3-5 μ m à $\varepsilon = 0,15$ et de 1-3 μ m à $\varepsilon = 0,5$. Pour le jeu secondaire, les bandes apparaissent légèrement plus épaisses.

A $\varepsilon = 0,15$, le jeu principal de microbandes peut néanmoins être prédominant, le second jeu n'étant quelquefois pas distinguable. Aux faibles déformations, un léger effet de soluté semble exister quant à l'apparition plus précoce du second jeu de microbandes dans les alliages Al-Mn. Il n'est pas exclu que la prédominance d'un type de bande dépende de la localisation dans le monocristal déformé.

3.3.2. Section DL-DT

La difficulté d'analyser la structure des microbandes sur la section DL-DT a été reportée par [Winther 2004] et [Hurley et al. 2003-a]. Manifestement, pour les monocristaux Laiton, les sections DL-DT ne permettent pas de distinguer clairement les deux SGA pour lesquels les traces coïncident sur cette section. En revanche, les traces des SGA et des PCM forment théoriquement un angle de 35° (voir § IV.1.1). Dans notre étude, nous avons observé des microbandes bien orientées sur la section DL-DT, comme le montre plus en détail la Figure IV-17. Cette dernière montre des images en *Band Contrast* des microstructures de monocristaux d'Al99,99% et d'Al-0,3%Mn déformés à $\varepsilon = 0,5$. Or, sur les deux cartographies, les microbandes ne semblent s'aligner ni sur les SGA ni sur les PCM ; l'alignement semble plutôt intermédiaire. Pour analyser cette situation plus en détails, les traces locales des plans ont été reconstituées par une procédure manuelle à partir des cartographies du *Band contrast* et des R. Les traces des SGA sont représentées par des traits pleins et les traces des PCM par des segments en pointillés. Ainsi, la majeure partie des segments des parois des microbandes s'aligne bien sur les traces des SGA ou des PCM. L'inclinaison macroscopique par rapport à DL est le résultat de la combinaison des traces de $+a_2$ et $-b_1$ (-54,7° par rapport à DL) et les traces des PCM (90° par rapport à DL).

Un effet de soluté semble aussi se dévoiler grâce à la reconstruction des traces des SGA et des PCM, comme le démontre la Figure IV-17. Pour une même déformation de $\varepsilon = 0,5$, la microstructure de l'aluminium pur possède des segments de parois alignés en quantité équivalente sur les SGA et les PCM ; alors qu'ils sont majoritairement alignés sur les traces des SGA pour l'alliage Al-0,3%Mn déformé.

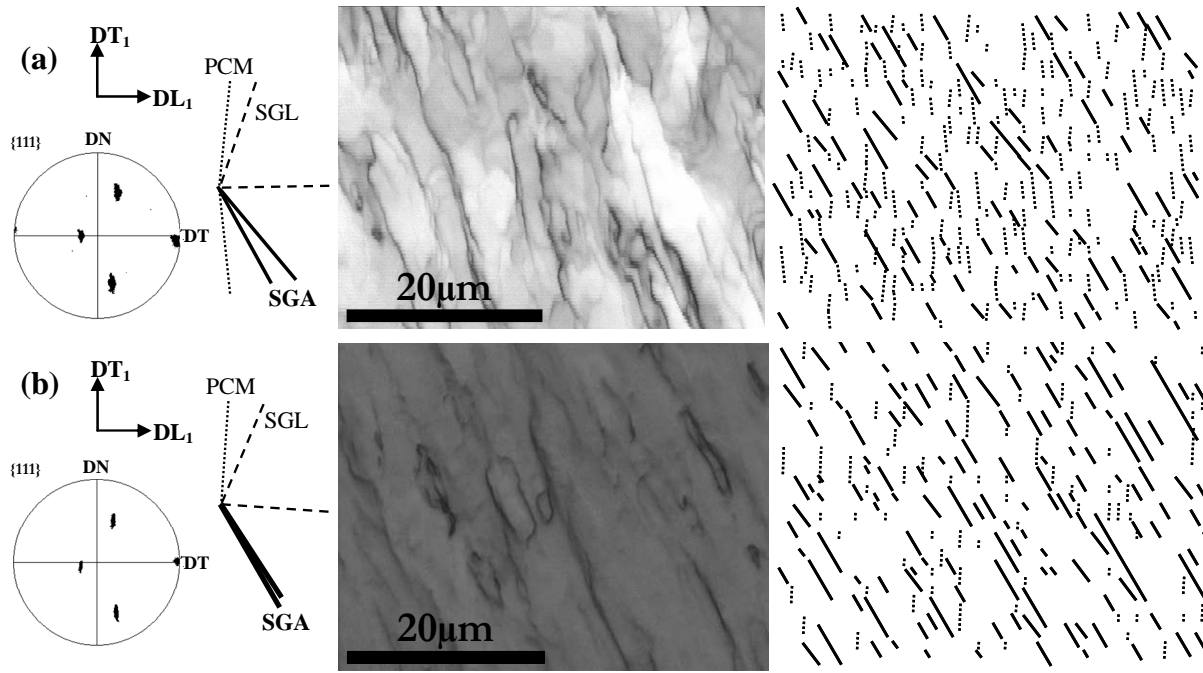


Figure IV-17 : Section DL-DT de monocristaux $\{110\}\langle 112 \rangle$ déformés à 0,5 pour estimer l'alignement relatif sur les traces des SGA (segment plein) et des PCM (pointillé). Cartographie en *band contrast* (gauche) et reconstruction des microbandes (droite) : (a) Al pur ; (b) Al-0,3%Mn.

3.3.3. Axes de désorientation

Dans notre étude, l'analyse des désorientations locales est effectuée automatiquement par le code couleur utilisé (cartographie des \underline{r} et des \underline{R}) afin de rendre compte de la distribution spatiale des axes de désorientation. Aux petites déformations, les axes de rotation prédominants au centre des microbandes sont proches des axes $\pm DT$ (couleurs kaki et bleu-mauve). Comme illustré dans la Figure IV-9, une lecture plus directe des \underline{r} peut s'effectuer au moyen d'une projection stéréographique des directions $\langle uvw \rangle$. De cette façon, la Figure IV-18 illustre la projection des \underline{r} déterminés à partir des cartographies EBSD des monocristaux Al-0,3%Mn déformés à $\varepsilon=0,15$ et $\varepsilon=0,5$. Afin de remédier au problème éventuel de la détermination de l'axe de désorientation pour de faibles angles de désorientation, nous présentons alors les projections des \underline{r} selon trois critères de désorientation. Tout d'abord, aucun seuillage n'est effectué ($\delta\theta > 0^\circ$), i.e. tous les \underline{r} calculés sont considérés. Puis un seuil de désorientation minimale est imposé et seuls les \underline{r} dont l'angle de désorientation est supérieur à $0,8^\circ$ et à 2° sont pris en compte.

Dans la Figure IV-18a sont présentées les positions des axes principaux $\langle 112 \rangle$ et $\langle 110 \rangle$ correspondant à l'orientation idéale Laiton $(110)[-112]$. Les traces des SGA $+a_2$ et $-b_1$ sont indiquées en pointillé. D'après les Figure IV-18b&c, à $\varepsilon=0,15$ et $\varepsilon=0,5$, la majorité des \underline{r} est bien située autour de la direction DT, mais plus précisément autour de $10-20^\circ$ vers la direction

DL. En fait, d'après les seuils ($\delta\theta > 0,8^\circ$) et ($\delta\theta > 2^\circ$), quasiment tous les axes de désorientations tendent à se concentrer dans une zone délimitée approximativement par les trois axes $[-12-1]$, $[-21-1]$ et $[-110]$. Ces axes cristallographiques particuliers sont liés aux SGA de la manière suivante :

- $[-12-1]$ est contenu dans le SGA $+a_2$ et est orthogonal à sa direction de glissement $[-101]$;
- $[-21-1]$ est contenu dans le SGA $-b_1$ et est orthogonal à sa direction de glissement $[011]$;
- et $[-110]$ est l'intersection des deux SGA $+a_2$ et $-b_1$.

Il est à rappeler que des rotations, au niveau microscopique, autour de ces deux axes $\langle 112 \rangle$ sont dues aux glissements locaux sur les systèmes soit $+a_2$ soit $-b_1$ et qu'une rotation autour de $[-110]$ serait la résultante de ces glissements activés de manière équivalente. Cela correspond aux couleurs bleu-kaki observées dans les cartographies en axes de désorientations. Ceci suggère donc bien que les segments des parois des microbandes sont souvent constitués à partir de dislocations de l'un ou l'autre, ou des deux systèmes de glissement activés.

De plus, il est intéressant de noter que d'autres changements de couleurs, souvent vert ou rouge, sont situés près des parois des microbandes ou des intersections des deux jeux de microbandes. Ceci pourrait indiquer que d'autres désorientations sont induites localement par des dislocations contenues dans les parois des microbandes.

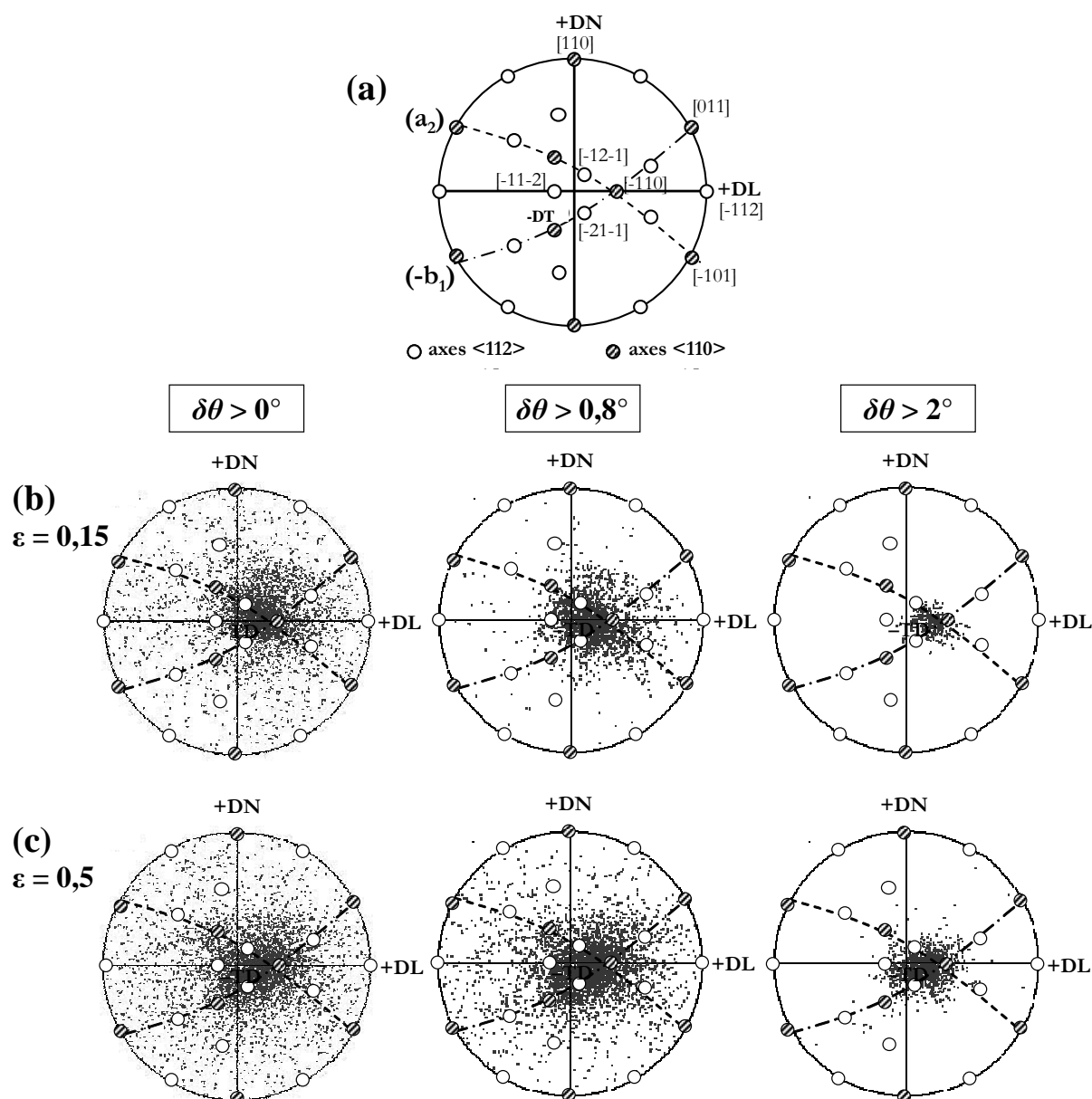


Figure IV-18 : Projection stéréographique des axes de désorientations des monocristaux Laiton Al-0,3%Mn : (a) position des axes <112> et <110>, (b) $\varepsilon = 0,15$ et (c) $\varepsilon = 0,5$.

3.4. Microstructure en grande déformation

En grandes déformations, les microstructures apparaissent bien plus hétérogènes qu'aux faibles déformations, comme illustré dans les Figures IV-6c&d pour des monocristaux Laiton Al-0,1%Mn ($\varepsilon = 1,4$ et $\varepsilon = 2,3$). Un autre exemple est présenté Figure IV-19 pour l'aluminium pur déformé à $\varepsilon = 2,3$. La microstructure est tout à fait similaire à celle de l'alliage Al-0,1%Mn. Dans les deux cas, une quantité non négligeable de bandes quasiment horizontales s'ajoute à la structure en « échiquier », typique des faibles et moyennes déformations.

Les importants contrastes de couleurs au sein des bandes suggèrent une large dispersion des axes de désorientations, alors que la désorientation reste faible. Les projections des \underline{r} des deux alliages Al99,99% et Al-0,1%Mn, déformés à $\varepsilon = 2,3$, sont illustrées dans la Figure IV-20. Il est clair que les axes de rotations sont bien plus dispersés qu'aux faibles déformations (voir Figure IV-18), même en effectuant un seuillage de désorientation supérieure à 2° . Cependant, une concentration des axes dans le voisinage de la direction DT est toujours observée.

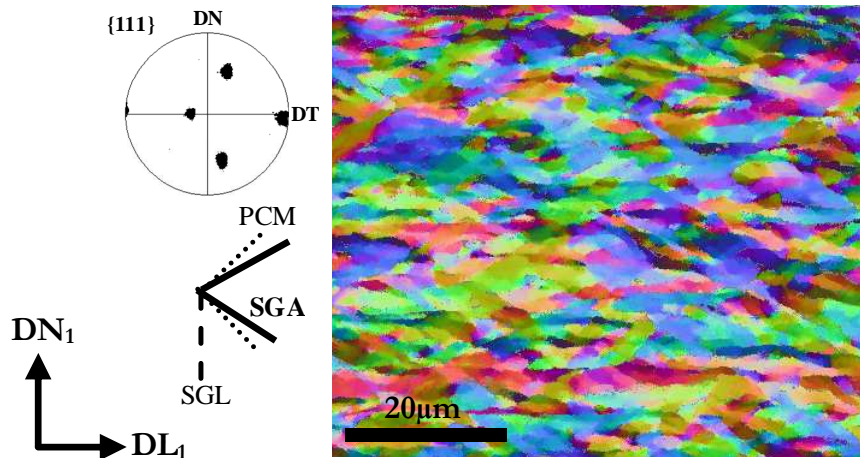


Figure IV-19 : Cartographies des \underline{r} d'un monocristal Laiton Al99,99% déformé à $\varepsilon=2,3$ (section DL-DN).

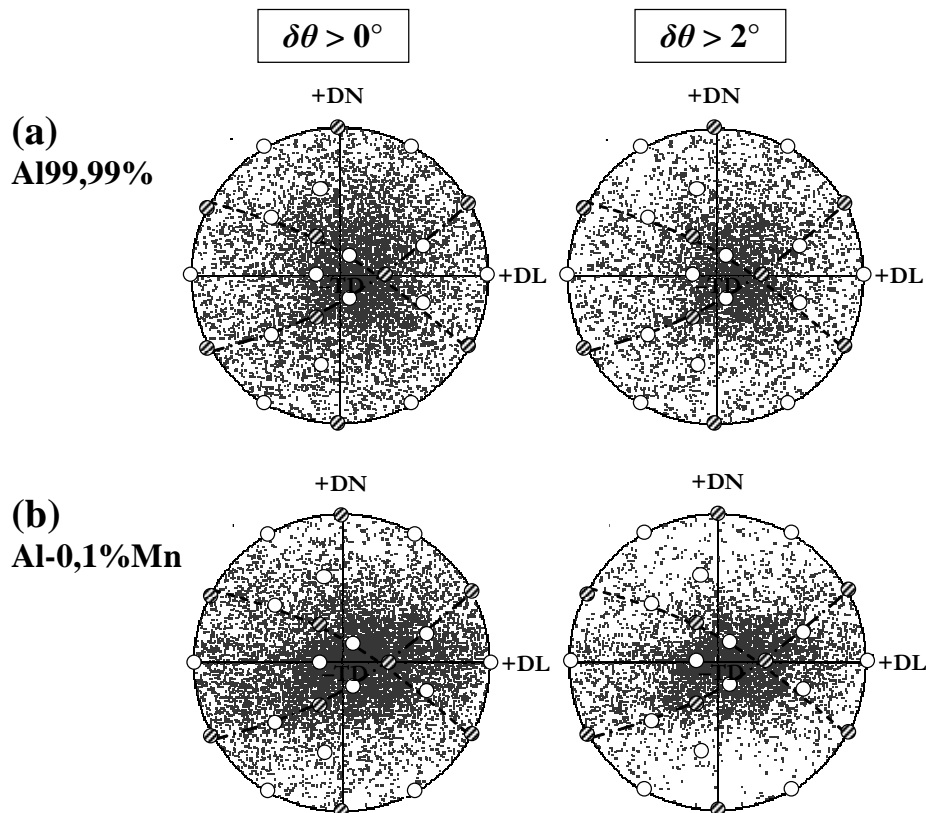


Figure IV-20 : Projection stéréographique des axes de désorientations des monocristaux Al99,99% (a) et Al-0,1%Mn (b) déformés en grande déformation ($\varepsilon = 2,3$).

Il semblerait donc bien que les microstructures des grandes déformations conservent une mémoire de la structure en échiquier (deux jeux de microbandes inclinées, désorientation autour d'un axe proche de DT). Dans la Figure IV-21, nous avons donc séparé les axes de désorientation en deux catégories :

- la zone n°1 est associée aux axes de rotation proche de DT, comme aux petites déformations. Elle consiste en une zone élargie comprenant les axes cristallographiques particuliers $[-12-1]$, $[-21-1]$ et $[-110]$ (cf. § IV.3.3.3).

- et la zone n°2 est associée à l'ensemble des axes non définis par la zone n°1.

Dans la Figure IV-21a ne sont représentées que les cristallites dont les \underline{r} sont contenus dans la zone n°1 de la projection stéréographique. Les parties blanches, complémentaires, possèdent donc des \underline{r} de la zone n°2. Un point très intéressant est que ces microbandes « \pm DT » sont essentiellement alignées sur les SGA. Les bandes de la Figure IV-21b, associées aux \underline{r} de la zone n°2, sont en revanche principalement colorées en rouge et vert (axes proches des directions DL-DN). Ces structures particulières sont incluses dans les bandes horizontales et aussi dans les fragments des microbandes inclinées.

Ces cartographies, représentant les désorientations locales, montrent ainsi explicitement que la structure des microbandes en « échiquier » est directement liée aux glissements sur les systèmes activés comme aux faibles déformations ; mais que les microbandes lamellaires ont une origine plus complexe.

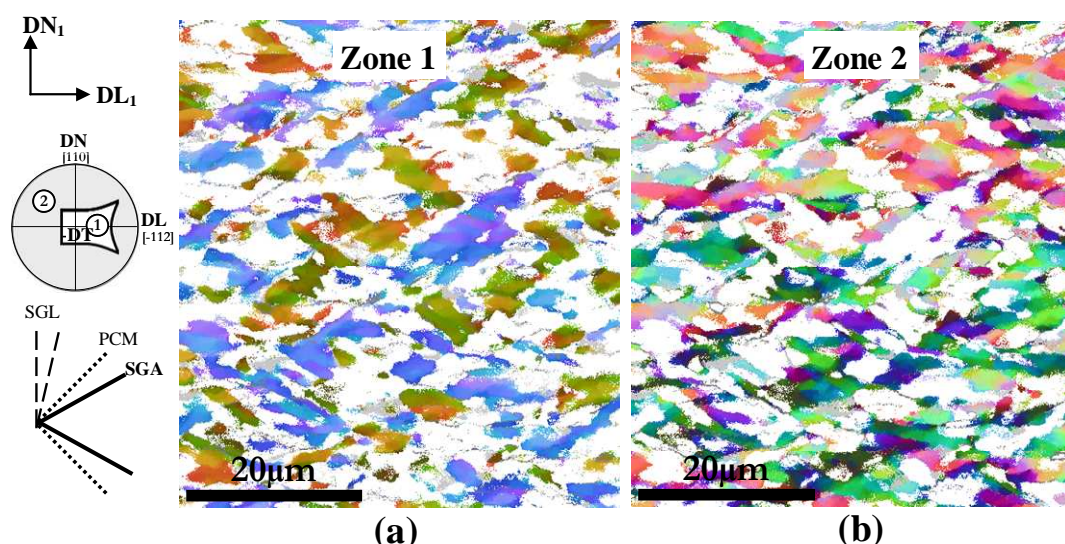


Figure IV-21 : Décomposition de la microstructure de grande déformation ($\epsilon = 2,3$) d'un monocristal Al-0,1%Mn $\{110\}<112>$ (voir Figure IV-6d) en deux zones : (a) axes de désorientation proches de DT (zone 1) ; (b) autres axes de désorientation (zone 2).

3.5. Evolution de l'alignement des microbandes

Une étude systématique de l'alignement des microbandes a été réalisée en comparant les inclinaisons des parois aux inclinaisons calculées pour tous les échantillons. Etant donné les nombreuses sources d'erreur sur l'estimation des alignements des microbandes, ces derniers ne sont alors décrits que de façon qualitative. Les inclinaisons ont été estimées à partir des cartographies EBSD spécifiques des sections DL-DN. Quelques observations de sections DT-DN ont également servi à les valider. Les symboles +++, ++, + et 0 renseignent qualitativement sur la fréquence des alignements des microbandes selon la trace d'un plan particulier. Le symbole +++ signifie un alignement presque parfait et 0 signifie qu'il n'y a pas de correspondance, les autres étant donc intermédiaires.

Le tableau présente les résultats de cette analyse qualitative où les deux jeux des microbandes sont distingués, le jeu *principal* et le jeu *secondaire*. Pour chaque jeu, le poids relatif des alignements proches des SGA (+a₂ et -b₁ pour le jeu principal et pour le jeu secondaire respectivement) ou plutôt proches de l'un des deux PCM est indiqué. A cela est ajouté le poids des alignements horizontaux pour les structures lamellaires.

Tableau IV-5 : Alignements des microbandes des monocristaux d'Al-Mn {110}<112> déformés à différents taux de déformation. Les symboles +++, ++, + et 0 donnent une information qualitative sur l'alignement observé des microbandes.

Alliages	ϵ	Jeu principal		Jeu secondaire		Alignement horizontal
		+a ₂	PCM	-b ₁	PCM	
Al99,99	0,15	+++	+++	++	+++	0
	0,5	+++	+++	++++	+	0
	1,4	+++	++	++	+	+
	2,3	+++	+	++	++	+++
Al-0,1%Mn	0,15	+++	+++	+	+++	0
	0,5	++++	+	++++	+	0
	1,4	+++	++	+	+	+
	1,6	++++	+	+++	0	+
	2,3	+++	+	++	++	+++
Al-0,3%Mn	0,15	++++	+	0	++++	0
	0,5	++++	+	+++	+	0
	1,6	++++	++	++	++	+

Aux faibles déformations ($\epsilon = 0,15$), il y a une nette influence du taux de soluté sur la nature des alignements des microbandes. Dans l'Al99,99% et dans l'alliage faiblement allié

Al-0,1%Mn, les parois des deux jeux des microbandes sont essentiellement alignées selon les PCM avec cependant quelques segments alignés sur les SGA, comme illustré par les cartographies des Figure IV-16a&c. Les angles formés par les parois sont plutôt proches de 90° que de 60°. En revanche, les cristaux d'Al-0,3%Mn ont leur jeu principal de microbandes aligné sur le SGA +a₂, alors que le second jeu est aligné principalement sur le PCM (Figure IV-16e).

A plus grande déformation ($\epsilon = 0,5$ à $\epsilon = 2,3$) et pour les trois alliages, les parois des microbandes sont principalement alignées sur les SGA. Les microstructures observées par MET et par EBSD du monocristal Al-0,3%Mn déformé à $\epsilon = 0,5$ confirment bien l'alignement des deux jeux de microbandes sur les SGA (Figure IV-3). Quelques alignements sur les PCM sont aussi observés, mais en bien moindre quantité. La seule exception concerne le monocristal Al99,99% déformé à $\epsilon = 0,5$ pour lequel le jeu principal de microbandes s'alignent à ratio équivalent sur le SGA +a₂ et sur le PCM associé.

Cependant, aux grandes déformations ($\epsilon > 1,4$), les microstructures déformées des cristaux est plus complexes notamment à cause de l'émergence de traces quasiment horizontales sur la section DL-DN (Figure IV-19 et Figure IV-21). La quantité des structures lamellaires est très importante à $\epsilon = 2,3$. Il faut aussi noter qu'aucune bande de cisaillement de taille supérieure à 50µm n'a été observée dans les microstructures de déformation des monocristaux Laiton ; alors qu'elles sont classiquement observées dans les polycristaux fortement déformés.

4. MICROBANDES – MONOCRISTAUX NI

Nous avons également effectué une étude collaborative avec le professeur M. Ferry de l'Université de New South Wales (Australie) pour étudier les microbandes dans des monocristaux de nickel pur (Ni99,999%).

Des monocristaux d'orientation Goss ont été déformés en *Channel-Die* à $\epsilon=0,35$ et $\epsilon=0,7$. Leurs microstructures de déformation sont présentées dans la Figure IV-22. A $\epsilon=0,35$, deux jeux de microbandes sont clairement visibles. Le jeu principal s'aligne parfaitement sur le SGA alors que le jeu secondaire, moins marqué, s'aligne à la fois sur le SGA et le PCM. A $\epsilon=0,7$, la microstructure ressemble tout à fait à celle des monocristaux Goss Al-0,1%Mn déformés à $\epsilon=0,5$ (voir Figure IV-8b). Le second jeu des microbandes semble s'incliner vers

la direction DL. La différence majeure est la largeur des microbandes inclinées qui est bien plus fine dans le nickel que dans l'aluminium.

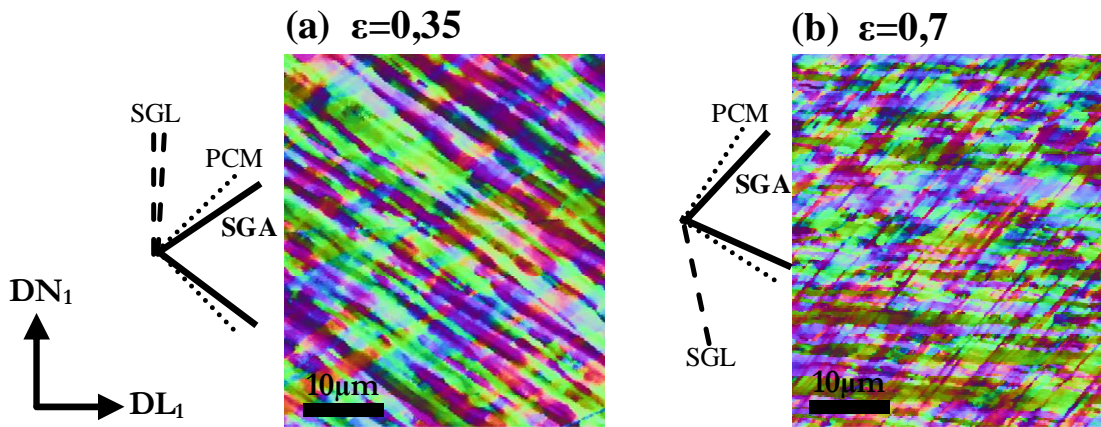


Figure IV-22 : Microbandes de déformation de monocristaux Goss (Ni99,999%) déformés à $\varepsilon=0,35$ et $\varepsilon=0,7$ (Cartographies EBSD des \underline{r} , pas de $0,05\mu\text{m}$)

Pour compléter cette étude, [Afrin *et al.*] ont étudié la structure tridimensionnelle des microbandes du monocristal déformé à $\varepsilon=0,35$ par la technique de reconstruction 3D des cartographies EBSD. Pour cela, un microscope double faisceau, MEB-FEG couplé à un FIB (faisceaux d'ions focalisés), a été utilisé. Un petit plot de monocristal déformé a été usiné par FIB comme indiqué sur la Figure IV-23a. La section d'étude est alors la section DL-DT. Le plot a été successivement abrasé par tranche de $1\mu\text{m}$ par FIB. Entre chaque étape, des cartographies EBSD ont été réalisées. Le volume analysé a été reconstruit en 3D grâce au logiciel Avizo Fire 6.0. D'après les données cristallographiques, des microbandes bien alignées ont pu être reconstruites, comme celle de la Figure IV-23b. D'après cette étude, il a pu être montré que les parois des microbandes du monocristal Ni99,999% déformé à $\varepsilon=0,35$ peuvent s'incliner à la fois sur les SGA mais aussi sur les PCM.

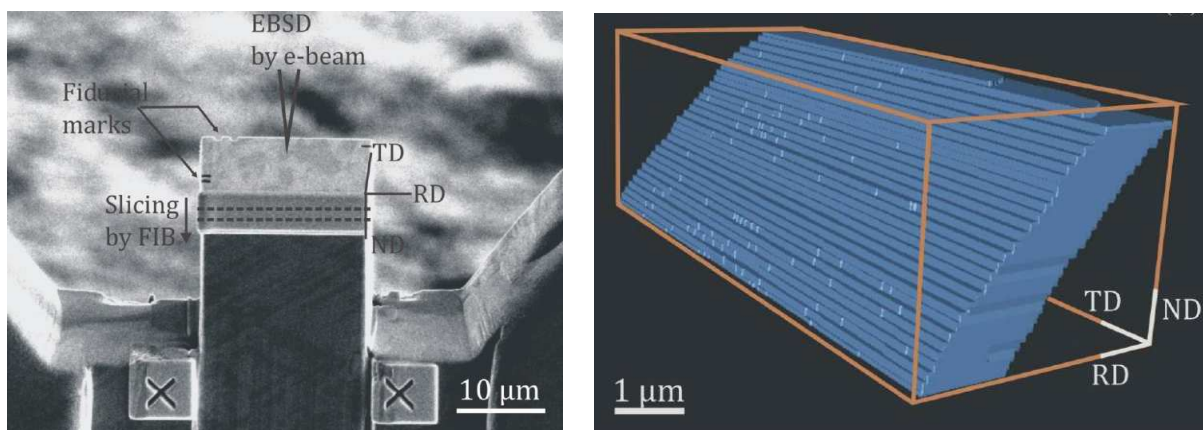


Figure IV-23 : Volume de matière analysé par EBSD-3D (a) et reconstruction d'une microbande (b).

5. DISCUSSION

Dans un premier temps, une analyse comparative avec les données publiées et les observations de notre étude est effectuée. Ensuite, un mécanisme possible de l'évolution des inclinaisons des parois des microbandes sera envisagé.

5.1. Résultats comparés aux données publiées

Pour simplifier la discussion, seuls les résultats de l'orientation Laiton sont présentés et comparés à d'autres études sur l'alignement des microbandes. Les cas de l'Al pur et des alliages sont distingués.

5.1.1. Aluminium pur

La Figure IV-24 résume quelques alignements reportés dans la littérature de monocristaux et de polycristaux d'aluminium pur (>99,9%) en fonction du taux de déformation. La courbe de tendance proposée par [Humphreys et Bate 2007] y est superposée.

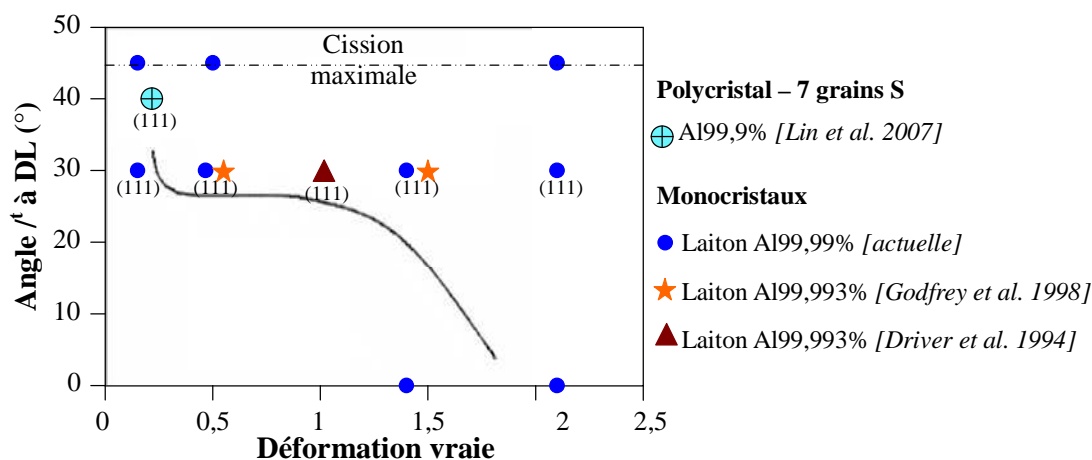


Figure IV-24 : Alignements des microbandes dans l'Al pur en fonction du taux de déformation ; les points sont de l'étude actuelle et d'études antérieures, la courbe de tendance est de [Humphreys et Bate 2007].

D'après cette figure, il ressort que, pour toutes les déformations comprises entre 0,5 et 1,5, les microbandes s'alignent plutôt sur les traces SGA (incluant nos travaux). La situation aux faibles déformations n'est pas aussi claire. Un alignement entre les PCM et les SGA semble avoir lieu. Dans le cas de notre étude, nous avons trouvé un alignement sur les deux familles de plans de manière équivalente et cela correspond bien aux travaux de [Lin et al. 2007] et de [Lin et al. 2009] sur des échantillons d'aluminium pur laminés à froid. Ces auteurs ont étudié les relations entre le sens des alignements des microbandes dans des grains de composantes de

texture S et Cu et leur orientation cristallographique spécifique. Ils ont obtenu approximativement des angles de 40° et 35° avec la direction de laminage DL. Ces angles ne sont pas si éloignés de ceux trouvés dans notre étude.

La conclusion qu'il y ait une variation significative de l'inclinaison des microbandes aux faibles déformations ($\varepsilon < 0,5$) est aussi cohérente avec d'autres observations sur des polycristaux d'aluminium. [Liu et al. 1998] ont trouvé que la majorité des microbandes ont pour origine les SGA, mais montrent très clairement une micrographie MET de microbandes ($\varepsilon = 0,12$) très éloignées des plans {111}. De la même manière, [Hansen et al. 2008] ont présenté quelques parois bien alignées, mais ne reposant pas sur les plans {111} dans quelques grains de polycristaux d'Al99,99% déformés en traction pour des taux de déformations de 0,05 à 0,34. De même, [Winther et Huang 2007] ont proposé un modèle pour l'alignement des microbandes qui peut expliquer le développement de microbandes non alignées sur les SGA.

Il est important de rappeler que pour un arrangement microstructural stable (comme une rayure ou une paroi stable de dislocations), une rotation de corps solide est attendue en compression plane, telle que l'angle α avec DL varie avec le taux de déformation ε selon :

$$\tan \alpha = \tan \alpha_0 . \exp(-2\varepsilon)$$

Un segment initialement à 45° par rapport à DL devrait tourner jusqu'à un angle de 8° avec DL après un taux de déformation de 1. Le fait que les microbandes dans l'aluminium pur restent proches de la trace des systèmes activés jusqu'à une déformation de plus de 1,5 confirme qu'elles doivent être des parois de dislocations relativement instables qui sont continuellement détruites et reconstituées par les glissements de dislocations sur les plans {111}. Ceci serait en contraste avec le comportement des microbandes dans les cristaux stables de cuivre (d'orientation Goss) qui tournent approximativement à la vitesse de rotations de corps solide après leur formation [Borbély et al. 2007].

Cependant, le comportement aux grandes déformations ($\varepsilon > 1,5$) indique une tendance significative pour les microbandes à s'aligner selon la direction DL. A un taux de déformation de $\varepsilon = 2,3$, les traces des microbandes peuvent être alignées sur les PCM, sur les SGA et sur la direction DL. Dans les cristaux stables d'aluminium, il y a donc une tendance au développement d'une structure lamellaire alignée selon DL aux grandes déformations. Ceci est typiquement observé dans les polycristaux très déformés. Ce point est discuté par la suite.

5.1.2. Alliages d'aluminium

La Figure IV-25 présente un ensemble de résultats d'alignements de microbandes dans les

alliages Al-Mg [Hurley et al. 2003-a] [Hurley et Humphreys 2003-b], Al-Si [Ferry et Humphreys 1996], Al-Fe-Si [Winther et al. 2004] et les résultats de notre étude.

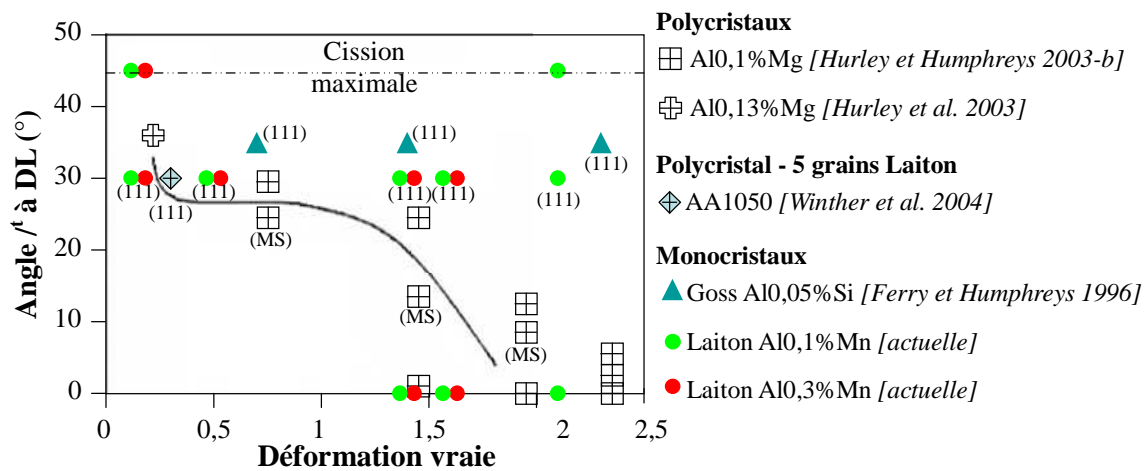


Figure IV-25 : Alignements des microbandes dans des alliages d'Al en fonction du taux de déformation ; les points sont de l'étude actuelle et d'études antérieures, la courbe de tendance est de [Humphreys et Bate 2007]. (MS) indique les micro-cisaillements.

En général, les résultats sont quasiment similaires à ceux de l'aluminium pur excepté que l'alignement sur les PCM est plus limité aux très petites déformations et par conséquent, l'alignement sur les SGA est plus rapide. Cependant, aux déformations supérieures à 1,5, l'alignement des microbandes selon la direction DL est plus marqué dans l'aluminium pur.

Aux faibles déformations ($\epsilon = 0,15$), notre étude a révélé que les microbandes faiblement désorientées sont majoritairement non cristallographiques et proches des PCM. Après une déformation similaire ($\epsilon = 0,22$), [Hurley et al. 2003-a] ont mesuré l'inclinaison des microbandes dans plusieurs grains de la section DL-DN et une moyenne de 36° par rapport à DL est obtenue, avec une dispersion allant jusqu'à 20° . Les parois des microbandes sont presque toujours parallèles à la direction DT sur la section DL-DT, excepté pour les grains d'orientation Cube qui dévient de 31° par rapport à DL. La concordance entre cette étude et notre étude est tout à fait raisonnable.

Deuxièmement, à une déformation légèrement supérieure ($\epsilon = 0,3$), [Winther et al. 2004] ont observé des alignements sur les plans $\{111\}$ activés dans plusieurs grains d'orientation Laiton dans des polycristaux AA1050. Cependant, dans un grain S, un jeu de microbande s'aligne parfaitement sur un plan $\{111\}$ alors que le second jeu dévie de plus de 25° par rapport au plan $\{111\}$ le plus proche.

Une comparaison intéressante peut aussi être faite aux plus grandes déformations avec le travail de [Hurley et Humphreys 2003-b]. Ils ont analysé l'évolution des différentes

caractéristiques microstructurales comme les microbandes, les bandes horizontales et les bandes de cisaillement (ces dernières ne sont pas observées dans notre étude). Les inclinaisons des deux premières familles de bandes correspondent très bien à celles observées dans notre étude. Pour les taux de déformations modérés, l'alignement des microbandes est observé sur les SGA dans les monocristaux Laiton déformés et cette inclinaison est très proche de la moyenne des inclinaisons des microbandes reportée pour les polycristaux Al-0,1%Mg laminés.

Aussi, aux plus grandes déformations ($\epsilon > 1,4$), des segments de structure lamellaire s'alignent de plus en plus avec la direction DL (Figures IV-6c&d). Comme rappelé précédemment, ce type de structure domine les microstructures de polycristaux pour des déformations typiquement supérieures à 3. Cependant, dans le cas des monocristaux très stables, la structure lamellaire coexiste avec l'alignement des parois sur les traces des systèmes activés.

5.2. Mécanismes de transformation des microstructures

Nous avons pu observer une évolution semblable des microstructures de déformation pour les monocristaux d'Al-0,1%Mn d'orientations Laiton, Goss et S déformés en compression plane. Les parois des microbandes sont majoritairement inclinées selon les PCM aux petites déformations. Ensuite, la présente étude a clairement révélé une transition pour des déformations supérieures à $\epsilon = 1,5$ allant d'une structure en microbandes alignées sur les SGA (structures en « échiquier » pour les orientations Laiton et Goss) à une structure mixte contenant des lamelles alignées selon DL (très importantes à $\epsilon = 2,3$). Comme cette étude s'est concentrée sur l'évolution des microstructures de monocristaux stables, l'hypothèse de l'intervention de nouveaux systèmes de glissement provoquée par la rotation de corps solide (ce qui arrive dans les polycristaux) ne peut pas être prise en compte. L'inspection plus précise des cartographies de désorientation montre qu'en fait, des segments de parois du jeu principal des microbandes semblent commencer une rotation de corps solide comme une conséquence de glissements secondaire localisés après qu'un certain niveau de contraintes ait été atteint.

Ainsi, un mécanisme de transformation des microstructures d'un stade d'écrouissage à un autre est proposé, illustré par la Figure IV-26 :

- (i) Dans le stade II, les parois des microbandes sont composées d'une faible densité de dislocations et sont assez mobiles. Elles peuvent retenir un

alignement proche des PCM en étant continuellement détruites et reconstituées par restauration dynamique. Ce pourrait être le cas pour l'aluminium à l'ambiante mais pas pour les métaux de faible énergie de faute d'empilement comme le cuivre.

(ii) Dans le stade III, les microbandes s'alignent plus sur les SGA en amassant une plus grande quantité de dislocation (augmentant ainsi la désorientation) à cause de variations locales de flux de dislocations.

(iii) Vers la fin du stade III et tout au long du stade IV, un glissement secondaire localisé sur un système (ou glissement irrégulier) s'intensifie et l'intersection de ce micro-cisaillement secondaire avec les microbandes déjà existantes crée des points d'ancrage immobiles sur les parois des microbandes. Lorsqu'elles sont immobilisées, les parois (ou des segments de parois plutôt) commencent à effectuer une rotation de corps solide vers la direction DL. Cela nécessiterait une déformation supplémentaire unitaire (de 0,5 à 1,5) pour aligner ces segments de parois selon la direction DL comme observée. Ce mécanisme a été observé dans les monocristaux Goss et S à partir de $\varepsilon=0,5$ et à partir de $\varepsilon=1,4$ dans les monocristaux Laiton. Cependant, il y a toujours simultanément le processus de création et de dissolution comme présenté en (i). La microstructure résultante est alors composée des deux jeux de microbandes (en « échiquier » ou non) et de lamelles.

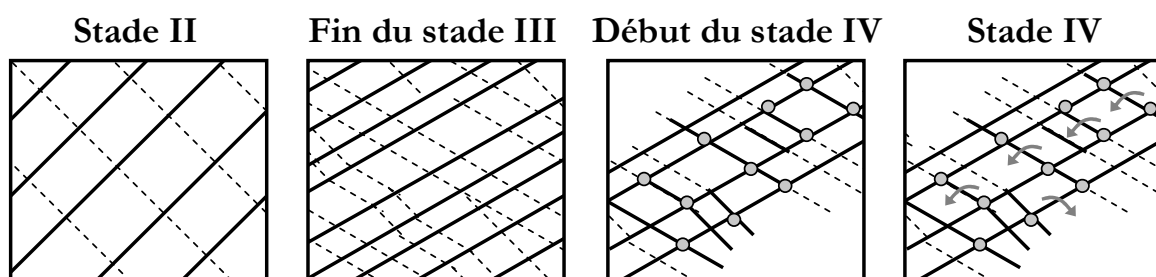


Figure IV-26 : Schéma de la transition de la structure en « échiquier » vers une structure lamellaire des microbandes.

De plus, la différence d'évolution microstructurale entre les orientations Laiton et Goss peut s'expliquer par ce mécanisme, bien que leurs facteurs de Taylor soient identiques ($M=2,45$). L'orientation Goss possédant 4 SGA, l'interaction des dislocations produites au cours de la déformation est donc plus forte que dans l'orientation Laiton qui ne possède que 2 SGA. Ainsi, dans les monocristaux Goss, l'accumulation plus rapide des dislocations dans les

parois des microbandes accélérerait les transformations microstructurales des stades II à III et III à IV. D'après notre étude, il est clair que l'orientation Goss devient instable et se transforme au cours de la transition des stades III et IV d'écrouissage par une sélection alternée d'une des paires de SGA (semblables à celles des composantes Laiton). Cette instabilité n'est pas prévue par les calculs de plasticité cristalline, comme [Havner 2008].

6. CONCLUSIONS

L'influence de l'orientation cristalline sur l'évolution des microstructures de déformation a été caractérisée à l'aide de monocristaux Al-0,1%Mn d'orientation Laiton, Goss et S déformés en *Channel-Die* ($0,15 < \varepsilon < 2,3$). Les microstructures ont été étudiées grâce à des cartographies EBSD spécifiques, basées sur une représentation des axes de désorientation \underline{r} et des vecteurs de Rodrigues \underline{R} .

Nous avons mis en évidence qu'aux faibles déformations ($\varepsilon=0,15$), les microbandes sont indépendantes de l'orientation cristalline et s'alignent principalement sur les PCM. Aux déformations modérées ($0,5 < \varepsilon < 1$), les alignements cristallographiques des deux jeux de microbandes sur les SGA sont prédominants dans les trois monocristaux. Cela implique un processus continu de formation et d'annihilation des microbandes par restauration dynamique. Aux plus grandes déformations ($\varepsilon > 1,5$), des alignements non cristallographiques apparaissent généralement en bandes horizontales (ou lamellaires); ce qui perturbe la structure initiale en « échiquier » des microbandes. Un mécanisme possible de leur formation est proposé pour les grandes déformations.

Une étude systématique des monocristaux Laiton d'aluminium pur Al99,99% et d'alliages Al0,1%Mn et Al0,3%Mn a alors servi à caractériser l'influence du taux de soluté sur la nature des microbandes au cours de la déformation. Il a été montré que leurs alignements dépendent du taux de soluté et aussi de la déformation. Le taux de soluté joue un rôle important aux petites déformations mais n'apparaît pas capital aux déformations supérieures à 1. Aux faibles déformations, l'alignement des microbandes dans les alliages d'aluminium très peu alliés tendent à correspondre aux PCM avec quelques alignements sur les SGA, alors qu'un taux de soluté plus important conduit à une intensification des alignements selon les SGA.

Les monocristaux d'orientation Laiton restent très stables en terme d'orientation finale et ne développent qu'une faible dispersion d'orientation, de 1-4° à faible déformation ($\epsilon = 0,15$) jusqu'à 1-6° aux grandes déformations ($\epsilon = 2,3$). En revanche, les microstructures de grande déformation des monocristaux Goss et S présentent une large dispersion d'orientation (2-18°). Les structures lamellaires se caractérisent par une superposition de lamelles horizontales désorientées autour de la direction DN pour l'orientation Goss, et par un « éclatement » de la structure des microbandes avec un alignement des segments de parois selon la direction DL pour l'orientation S.

V RESTAURATION DE MONOCRISTAUX DEFORMES A $\epsilon = 2,3$

L'objectif de cette étude est de caractériser l'influence de l'orientation cristalline sur les mécanismes de restauration qui opèrent au cours d'un recuit modéré.

Dans le Chapitre précédent (§ IV), nous avons montré que les microstructures des monocristaux Al-0,1%Mn Laiton, Goss et S déformés à $\epsilon = 2,3$ sont très différentes en terme de taux d'écrouissage, d'arrangement microstructural et de taille de sous-grains. Ce chapitre est maintenant consacré à l'étude de l'évolution de ces microstructures au cours de recuits modérés. Pour cela, trois méthodes de caractérisation sont utilisées : la microdureté Vickers pour les propriétés mécaniques ; l'analyse de cartographies EBSD pour les microstructures et l'analyse de profils des pics de diffraction RX pour l'évaluation de la densité de dislocations et de la taille des domaines cohérents. Une telle étude sur des monocristaux relativement stables en laminage réduit le problème éventuel de la germination de la recristallisation (très rapide dans les polycristaux déformés).

Pour des températures de recuit de 150°C-300°C, [Barou 2007] a montré que la cinétique de restauration est relativement lente dans les alliages polycristallins Al-0,1%Mn. C'est pourquoi nous avons choisi d'étudier des températures de recuit un peu plus élevées (246°C, 264°C et 322°C) qui sont de l'ordre de 0,55-0,65T_f.

1. EVOLUTION DE L'ADOUCCISSEMENT

La première caractérisation de la restauration a été réalisée par microdureté Vickers sur la section DL-DN avec une charge de 25g. L'incertitude de mesure est faible, d'environ $\pm 0,1-0,5\text{Hv}$. Ceci vient du fait que les microstructures sont relativement homogènes comparativement à la taille des empreintes de microdureté ($\sim 30-40\mu\text{m}$). Les barres d'erreur sont indiquées sur les graphiques pour des incertitudes de mesures supérieures à 0,5Hv.

Aussi, les points expérimentaux ne représentent que les microduretés des matrices restaurées. En effet, à haute température (T=300-320°C), quelques grains recristallisés ont

également été observés ; mais ces derniers provenaient tous d'une germination à partir de la surface de l'échantillon et non de la matrice restaurée.

1.1. Microdureté

Les courbes présentées dans la Figure V-1 montrent l'évolution de la microdureté au cours de recuits à différentes températures dans les trois monocristaux Laiton, Goss et S déformés ($\varepsilon=2,3$). Les données expérimentales peuvent être décrites par une loi de décroissance logarithmique. Lorsque c'est possible, les pentes des courbes sont indiquées sur les graphes, ainsi que le coefficient de détermination R^2 .

A l'état déformé, les microduretés mesurées reflètent bien les durcissements observés sur les courbes de contrainte-déformation (voir Figure IV-12). Les monocristaux Laiton sont les plus mous ($39 \pm 0,2\text{Hv}$), suivis des monocristaux Goss ($43,5 \pm 0,3\text{Hv}$) et les monocristaux S sont les plus durs ($44,9 \pm 0,8\text{Hv}$).

Une décroissance de la microdureté est observée pour les trois monocristaux aux trois températures de recuit. En revanche, la cinétique dépend de l'orientation.

Pour les monocristaux Laiton (Figure V-1a), les pentes des courbes des recuits à 246°C et 264°C sont très proches ($-0,4\ln(t)$). Après 30s de recuit à 246°C , la microdureté ne chute que de $\sim 1\text{Hv}$. Pour un même temps de recuit, l'écart entre les microduretés mesurées à 246°C et 264°C ($\Delta T=18^\circ\text{C}$) est de $\sim 3\text{Hv}$. Aux températures plus élevées, cet écart n'est que de $\sim 1\text{Hv}$ entre 264°C et 322°C ($\Delta T=58^\circ\text{C}$).

Les pentes des courbes des monocristaux Goss sont bien plus fortes que celles observées dans les monocristaux Laiton (voir Figure V-1b), et sont de l'ordre de $-0,9\ln(t)$ à 246°C et 264°C et $-\ln(t)$ à 322°C . Aux températures élevées (306°C et 322°C), les microduretés mesurées suivent exactement la même tendance.

Les décroissances de la microdureté sont plus dispersées dans les monocristaux S (voir Figure V-1c) alors que les pentes des courbes sont similaires dans les monocristaux Laiton et Goss. A 264°C , la pente de la courbe est de l'ordre de $-0,7\ln(t)$. Cependant nous n'avons pas suffisamment de données expérimentales pour évaluer une tendance à 246°C et 322°C . De plus, la valeur de la microdureté après 30s de recuit à 246°C semble aberrante. Une chute plus importante de la microdureté serait attendue. Ceci pourrait provenir d'une mauvaise homogénéisation de la température pour ce temps court de recuit. Si l'on fait abstraction de cette mesure, les pentes des courbes à 246°C et 322°C seraient du même ordre de grandeur

que celles observées à 264°C. Nous remarquons à nouveau que l'écart des courbes de dureté entre deux températures diminue à mesure que la température augmente.

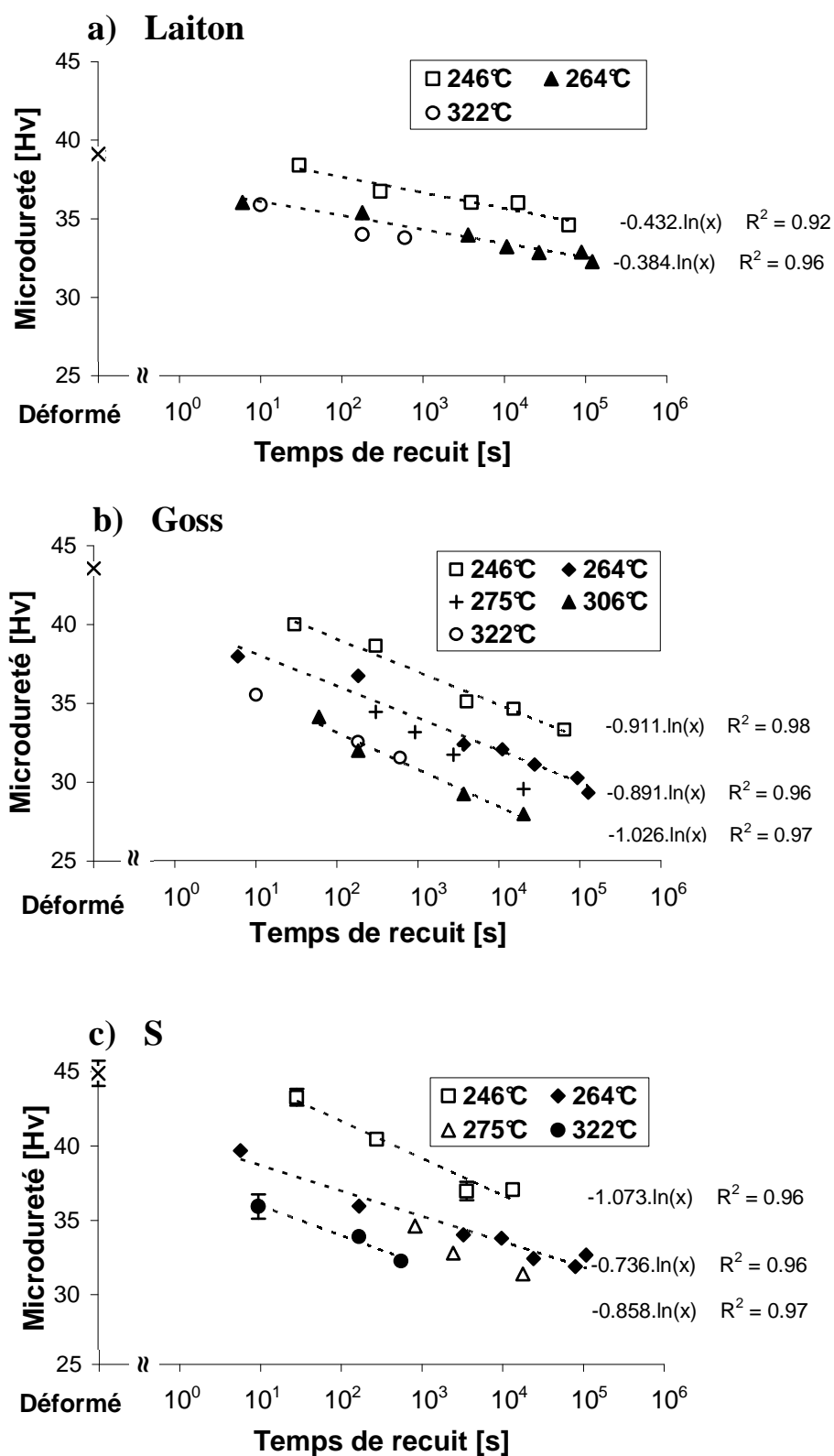


Figure V-1 : Evolution de la microdureté avec différents recuits (T,t) pour des monocristaux déformés ($\epsilon = 2,3$) : a) Laiton ; b) Goss et c) S.

Par ailleurs, nous pouvons observer que les microduretés des monocristaux Laiton et S sont semblables pour les temps de recuit compris entre 1h et 34h ($3,6.10^3$ s et $1,2.10^5$ s) pour le recuit à 264°C

1.2. Fraction résiduelle de microdureté $R_{(Hv)}$

Il est d'usage de mesurer la contrainte d'écoulement afin de caractériser les propriétés mécaniques. Or la très faible dimension de nos échantillons ne permet pas la fabrication de telles éprouvettes de traction. La fraction résiduelle de la microdureté $R_{(Hv)}$ est alors une bonne approximation de la fraction résiduelle de la contrainte d'écoulement $R_{(\sigma)}$. La définition de $R_{(Hv)}$ est rappelée, avec Hv la microdureté après un temps donné de recuit, Hv_0 la valeur du monocristal déformé ($\epsilon = 2,3$) et Hv_{rex} la valeur du monocristal non déformé (cf. § II.2.3.1) :

$$R_{(Hv)} = \frac{Hv - Hv_{rex}}{Hv_0 - Hv_{rex}}$$

Les microduretés Hv_{rex} des monocristaux avant déformation dépendent légèrement de l'orientation du cristal : $20,1 \pm 0,2Hv$; $20,2 \pm 0,1Hv$ et $19,3 \pm 0,5Hv$ pour les monocristaux Laiton, Goss et S respectivement (section DL-DN). La Figure V-2 illustre les évolutions de $R_{(Hv)}$ au cours des recuits à 246°C, 264°C et 322°C pour les trois monocristaux.

Aux trois températures, les monocristaux Goss et S suivent sensiblement la même évolution. Les pentes des courbes sont de l'ordre de $-0,04\ln(t)$. Nous appellerons cette cinétique le type « G » (comme Goss). En revanche, l'évolution de $R_{(Hv)}$ des monocristaux Laiton est beaucoup plus faible. La pente des courbes est de l'ordre de $-0,02\ln(t)$. Nous nommerons cette cinétique le type « L » (comme Laiton). La précision des mesures ne permet pas d'évaluer assez précisément les pentes des courbes pour remarquer une éventuelle influence de la température. Ces dernières apparaissent néanmoins relativement proches pour les trois températures. En revanche, l'influence de la température de recuit est clairement visible sur le « décalage » des courbes. Nous pouvons alors modéliser $R_{(Hv)}$ selon une loi logarithmique telle que :

$$R_{(Hv)} = 1 - C.\ln(1 + t/\tau) ;$$

avec $C = 0,02$ pour le type « L » et $C = 0,04$ pour le type « G ». Le paramètre τ agirait comme un temps d'incubation nécessaire avant que l'adoucissement ne commence. Ce dernier dépend de la température de recuit. Nous pouvons approximativement estimer τ à 1s, 10^{-2} s et 10^{-3} s pour les températures de 246°C, 264°C et 322°C respectivement. Prenons par exemple les valeurs de $R_{(Hv)} = 0,65$ pour le type « G » et $R_{(Hv)} = 0,8$ pour le type « L », qui sont indiquées

dans la Figure V-2 par les flèches. Ces valeurs particulières sont observées après un recuit de 4.10^3 s à 246°C , de 2.10^2 s à 264°C et de 10s à 322°C .

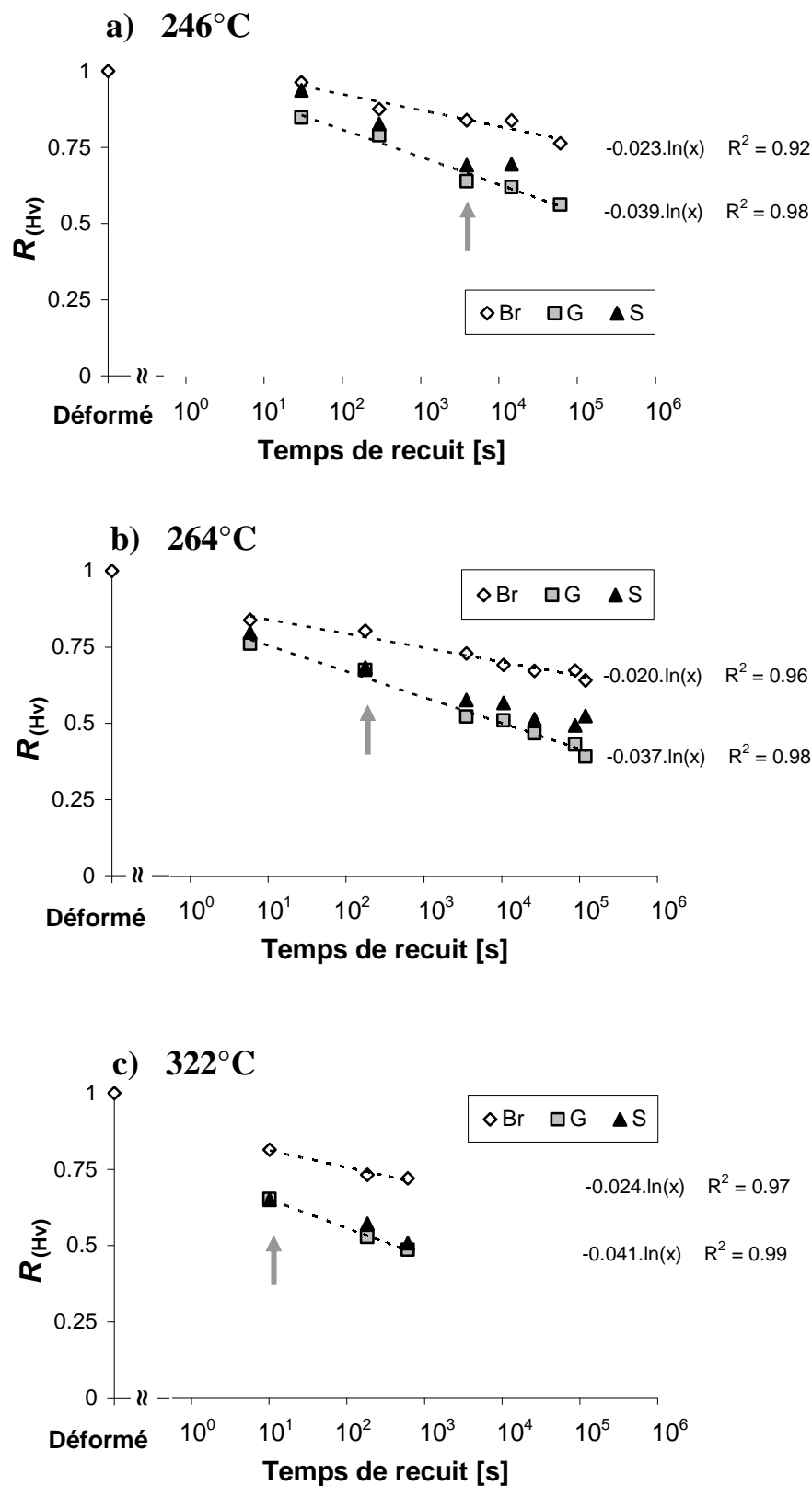


Figure V-2 : Evolution des fractions résiduelles de la microdureté $R_{(Hv)}$ au cours des recuits à 246°C (a), 264°C (b) et 322°C (c) des monocristaux Laiton, S et Goss ($\varepsilon=2,3$).

Pour la cinétique « G », $R_{(Hv)}$ a chuté de près de 45% et 50% après des recuits de 100min respectivement à 246°C et à 264°C. Ces résultats peuvent être comparés à ceux de l'étude de [Furu et al. 1995] portant sur la restauration d'un alliage industriel AA1050 laminé à froid ($\epsilon = 3$) (voir Chapitre Bibliographie § II.2.3). D'après la Figure II-17, $R_{(\sigma)}$ diminue de 50% après un recuit dans des conditions de temps/températures similaires. Ainsi, bien que nous étudions des monocristaux, les résultats du type « G » correspondent tout à fait aux comportements de l'aluminium de pureté commerciale.

1.3. Résumé des résultats

Pour résumer, nous avons observé deux cinétiques pour l'adoucissement des monocristaux au cours des recuits.

Nous avons défini une cinétique de type « G » qui caractérise l'évolution de $R_{(Hv)}$ des monocristaux Goss et S, bien que les microduretés de l'état déformé ($\epsilon = 2,3$) soient différentes : $Hv(\text{Goss}) = 43,5 \pm 0,3Hv$ et $Hv(S) = 44,9 \pm 0,8Hv$. De plus, le type « G » a un comportement sensiblement similaire aux alliages d'aluminium de pureté commerciale.

Par ailleurs, la seconde cinétique, définie comme le type « L », caractérise l'évolution de $R_{(Hv)}$ des monocristaux Laiton. Ces derniers ont un écrouissage sensiblement plus faible à l'état déformé ($39 \pm 0,2Hv$) que les monocristaux Goss et S. La différence entre les deux cinétiques pourrait alors provenir de la différence du taux d'écrouissage à l'état déformé ($\Delta Hv > 4Hv$), traduisant une importante différence d'énergie stockée.

2. EVOLUTION MICROSTRUCTURALE

Les cartographies EBSD sont utilisées afin de visualiser de manière globale les microstructures de grande déformation. Il est clair que les sous-structures ainsi révélées ne donnent alors pas d'information sur les sous-joints et les parois de dislocations très peu désorientées (à cause de la limite de la résolution du MEB-FEG), à la différence du MET.

2.1. Evolutions comparées des microstructures restaurées

Une analyse de l'évolution des microstructures des trois orientations cristallines au cours d'un recuit à 264°C a été réalisée. Les cartographies EBSD des états déformés ($\epsilon = 2,3$) et recuits 3min, 60min et 34h sont présentées dans la Figure V-3. Pour les monocristaux Goss et S déformés, le taux d'indexation des cartographies EBSD n'est que de 80%. Après un léger

recuit, l'amélioration de la qualité des cartographies EBSD (taux d'indexation supérieur à 90%) suggère un « nettoyage » d'une partie des dislocations de la microstructure déformée.

L'évolution des microstructures est différente selon les monocristaux. Une très légère évolution est observée pour les monocristaux Laiton restaurés, alors qu'un grossissement généralisé de la structure est clairement visible pour les monocristaux Goss et S. Nous notons à nouveau une différence de comportement entre le type « L » et le type « G ». Une analyse plus détaillée de l'évolution microstructurale sera présentée dans les paragraphes suivants.

Par ailleurs, nous nous sommes intéressés aux désorientations au sein des microstructures déformées et restaurées. Or nous avons quelques doutes sur la validité de la microstructure du monocristal S recuit 34h à 264°C. En effet, alors que tous les monocristaux déformés et recuits ont une orientation moyenne proche de l'orientation idéale Laiton, Goss ou S ; l'orientation moyenne de cet échantillon n'est pas exactement S, mais est intermédiaire entre Laiton et S. Afin de s'affranchir de ce problème, l'étude comparative des désorientations après un recuit modéré sera réalisée pour un recuit de 10min à 320°C.

La Figure V-4 présente ainsi les microstructures des monocristaux après un recuit de 10min à 320°C (~0,64Tf). D'après les courbes de $R_{(Hv)}$ de la Figure V-2, ce traitement thermique est équivalent à un recuit de 450min à 264°C. En comparant avec la Figure V-3, nous constatons en effet que les microstructures sont semblables à celles des recuits de 60min à 264°C, avec néanmoins un léger grossissement. De plus, sur la cartographie du *Band Contrast* du monocristal Laiton restauré à 320°C (Figure V-4a), nous pouvons observer des zones plus claires. Cela signifie que le monocristal a localement restauré toutes les dislocations et les défauts, comme dans un grain recristallisé.

Les distributions de la fréquence de désorientation par rapport à l'orientation moyenne des trois monocristaux déformés et recuits 10min à 320°C sont comparées dans la Figure V-5. Nous pouvons constater que, pour les trois orientations, les distributions après déformation et après recuit sont très proches : les monocristaux Laiton sont très peu désorientés avec une dispersion de l'ordre de 1° à 6°. Pour les monocristaux S et Goss, la dispersion des désorientations est beaucoup plus large, allant de 1° à 18°. Aucune évolution n'est observée dans les monocristaux S. Nous observons cependant que les désorientations dans les monocristaux Goss sont légèrement moins dispersés après le recuit.

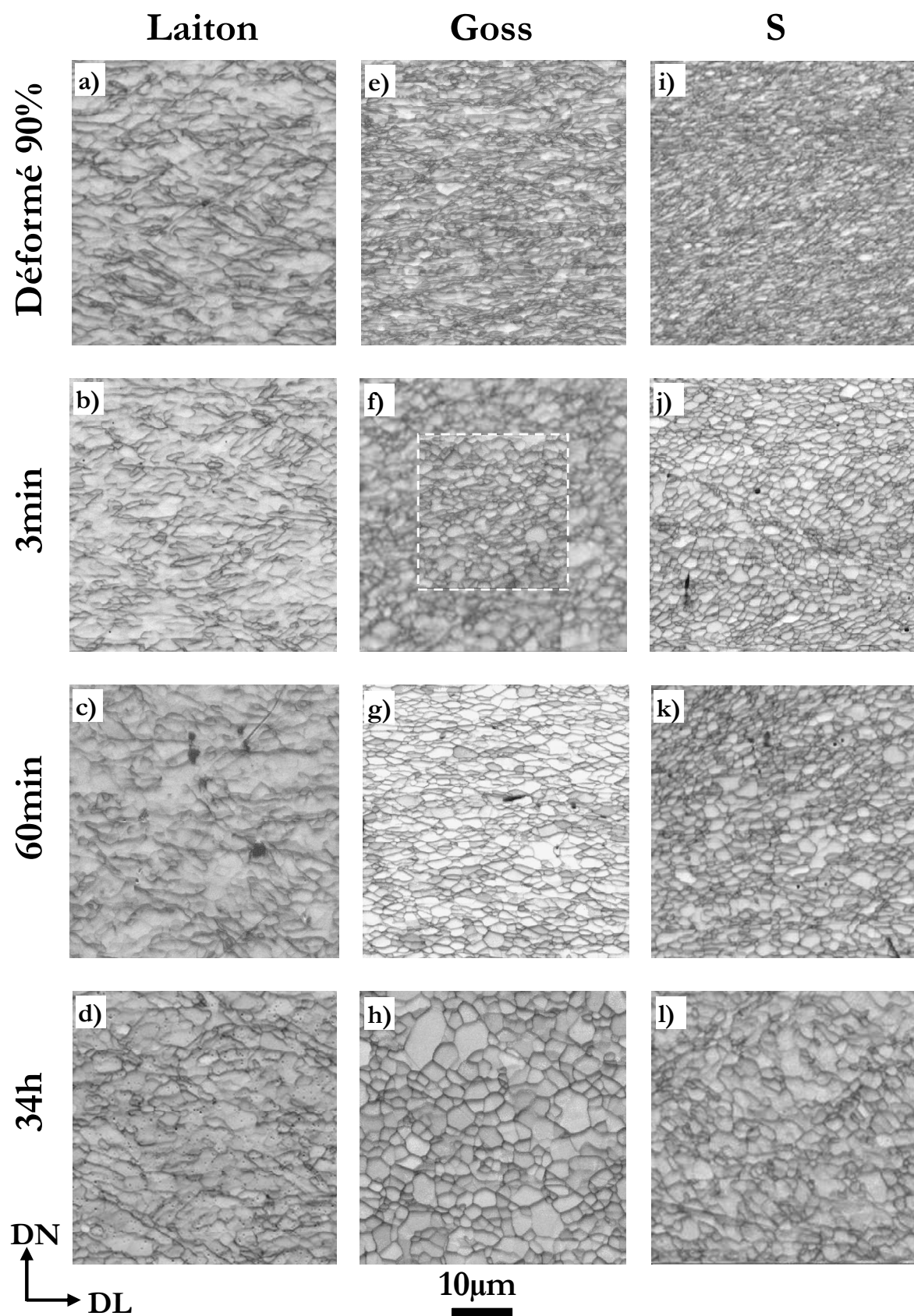


Figure V-3 : Evolution microstructurale au cours du recuit à 264°C des monocristaux Laiton, Goss et S (Al-0,1%Mn - $\varepsilon = 2,3$). Cartographies EBSD du *Band Contrast* : pas de 0,1μm (sauf 0,05μm pour e-f-i-j) et 0,15μm pour l).

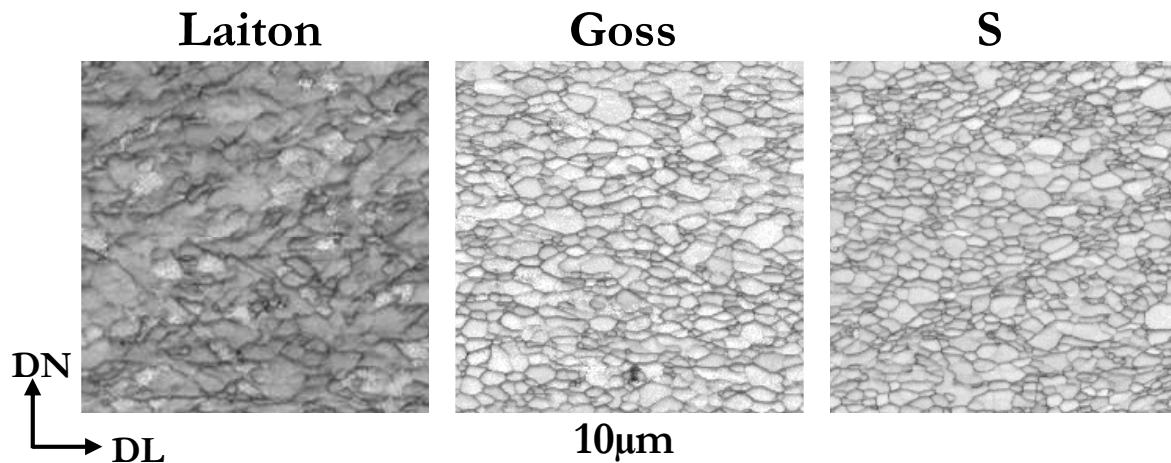


Figure V-4 : Cartographies du *Band Contrast* des monocristaux Laiton, Goss et S recuits à 10min à 320°C (pas de 0,2µm).

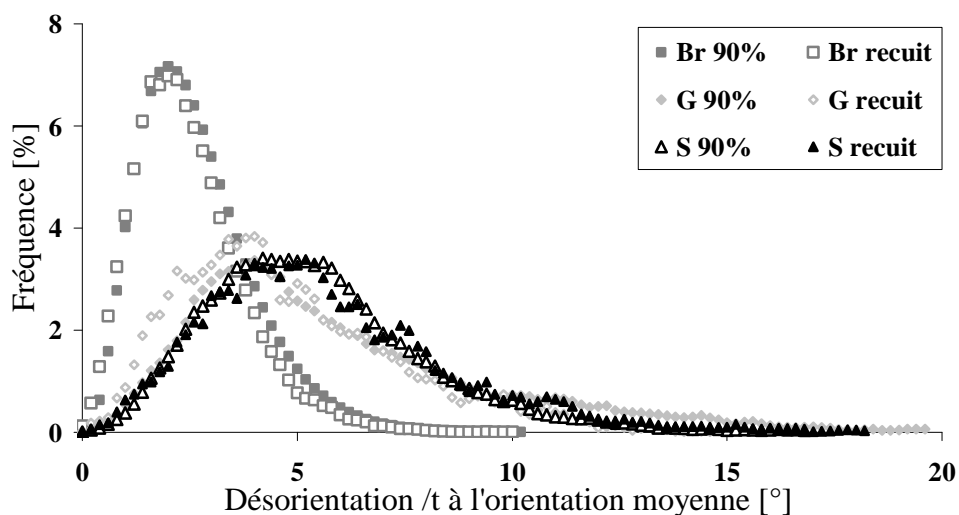


Figure V-5 : Distribution de la fréquence de désorientation (par rapport à l'orientation moyenne) pour les trois monocristaux Al-0,1%Mn déformés et recuits 10min à 320°C.

Afin de traduire un effet de gradient d'orientation sur une large distance, nous pouvons calculer la désorientation moyenne *non corrélée* au sein des cartographies EBSD. Elle correspond à la désorientation moyenne entre deux pixels choisis aléatoirement (calculée à partir du logiciel HKL-Channel 5). [Huang et Humphreys 2000-a] avait également utilisé ce paramètre, qu'ils ont nommé θ_u dans leur publication. De telles désorientations sont indiquées dans le Tableau V-1. Elles sont similaires pour les monocristaux Goss et S déformés et se situent autour de 8°. Elle est en revanche bien plus faible pour les monocristaux Laiton, et vaut à peu près 3,6°. Alors que la désorientation moyenne non corrélée n'évolue quasiment pas pour les monocristaux Laiton et S, elle semble avoir diminué de $\sim 1,5^\circ$ pour les monocristaux Goss. Dans tous les cas, cela traduit bien une différence importante quant à l'existence d'un gradient d'orientation sur une large distance.

Tableau V-1 : Désorientation moyenne *non corrélée* calculée à partir des cartographies EBSD des monocristaux déformés ($\epsilon=2,3$) et recuits 10min à 320°C.

	$\epsilon = 2,3$	Recuit 10min à 320°C
Laiton	3,7°	3,6°
Goss	8,5°	6,8°
S	7,8°	8,2°

Ces observations confirment bien qu’aucun changement drastique d’orientation n’apparaît au cours du recuit, comme cela est attendu pour les mécanismes de la restauration. Les sous-grains qui croissent au cours de la restauration conservent donc une orientation voisine de leur orientation initiale. Cela signifie également qu’aucune orientation particulière n’est privilégiée, si ce n’est un léger effet de mémoire de l’orientation initiale pour les monocristaux Goss. Cet effet de mémoire avait été observé par [Ferry et Humphreys 1996] pour des sous-grains à croissance anormale (i.e. à croissance beaucoup plus rapide que le reste de la microstructure) dans des monocristaux Al-0,05%Si d’orientation Goss ($\epsilon = 1,4$).

2.2. Monocristaux Laiton

L’orientation Laiton est stable en laminage, en terme de microstructure et en terme d’orientation (cf. Chapitre § IV). Elle est également très stable au cours de la restauration. Même après un recuit assez soutenu de 34h à 264°C, la microstructure n’a que très peu évolué par rapport à la microstructure de l’état déformé. Des segments de microbandes de la structure en « échiquier » et les parois horizontales sont toujours présents. Les sous-joints restent diffus et ne s’organisent pas en parois droites.

Des détails de la microstructure de l’état déformé et de l’état recuit 34h à 264°C sont illustrés à la Figure V-6 au moyen de trois cartographies EBSD différentes. Afin d’améliorer le contraste microstructural obtenu par le *Band Contrast*, nous présentons également les cartographies des désorientations locales. Pour ces dernières, un seuil de désorientation maximale de 2,5° est utilisé et l’orientation d’un pixel est comparée à celle de ses huit voisins. De plus, les pixels non indexés sont indiqués en vert. Nous pouvons alors observer des entrelacs de fines parois très peu désorientées (couleurs claires) au sein des sous-grains révélés par le *Band Contrast*. Une infime évolution de l’espacement des entrelacs apparaît entre l’état déformé et recuit. Cependant, les sous-grains, n’étant pas bien définis et, pour la plupart, non fermés, il n’est alors pas possible de quantifier l’évolution microstructurale. Les cartographies des ρ donnent une information complémentaire. Elles mettent en évidence les

zones possédant un axe de désorientation similaire (même couleur). Nous pouvons observer que la taille de ces zones n'a pas évolué après 34h de recuit.

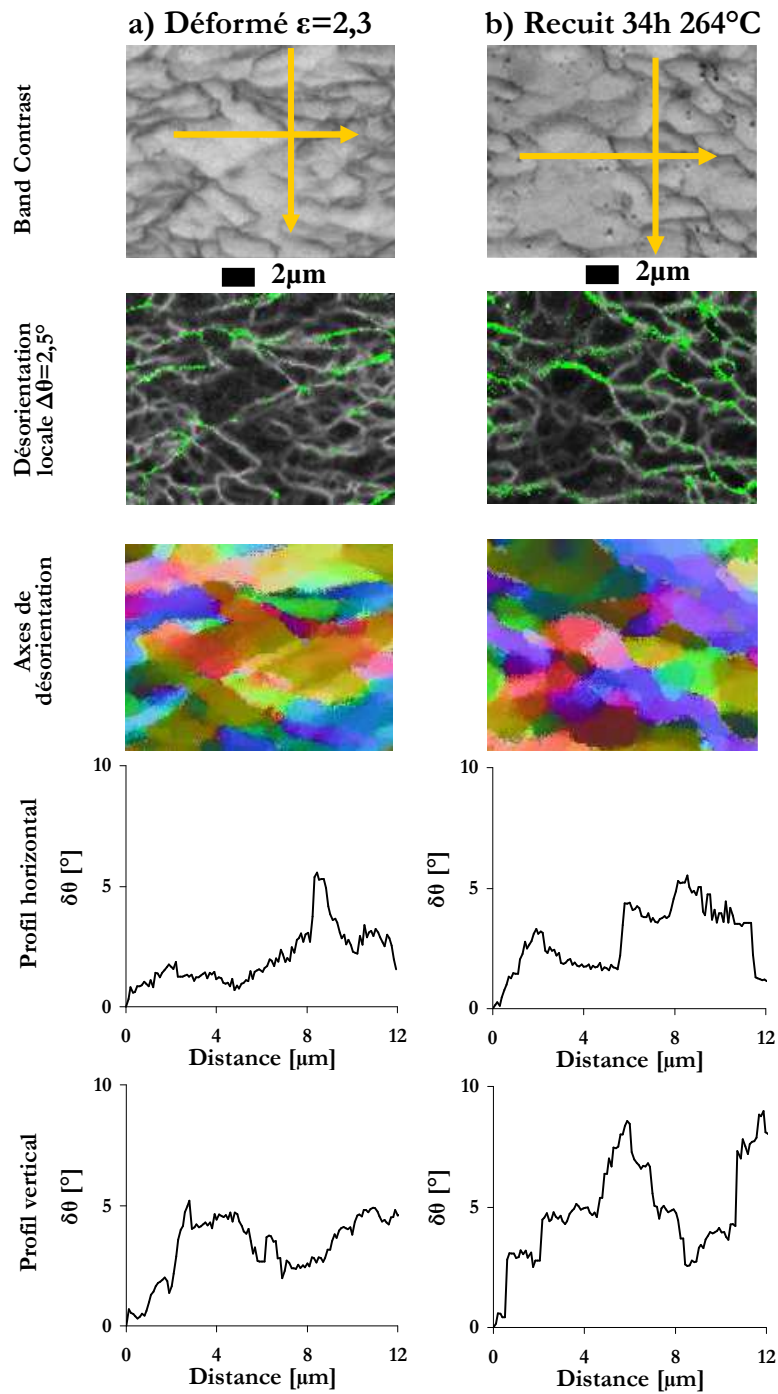


Figure V-6 : Monocristaux Laiton déformé ($\epsilon = 2,3$) et recuit 34h à 264°C : cartographies EBSD du Band Contrast, des désorientations locales ($\Delta\theta_{\max}=2,5^\circ$) et des \underline{r} (pas de 0,1 μm). Les profils $\delta\theta$ représentent les désorientations par rapport à l'orientation du premier pixel.

Pour les deux états recuit et restauré, deux profils de désorientation (horizontal et vertical) ont été mesurés selon les lignes fléchées de la Figure V-6. Les profils représentent les désorientations de chaque pixel par rapport à l'orientation du premier pixel. De manière

générale, les profils des deux états sont similaires et font apparaître de légers gradients d'orientation, qui sont de l'ordre de $1^\circ/\mu\text{m}$ sur des distances couvrant 2 à $5\mu\text{m}$. Cela signifie que l'orientation à l'intérieur des sous-grains n'est pas constante. Sur ces profils, de petites fluctuations sont enregistrées et sont caractéristiques de parois faiblement désorientées. Les profils de désorientation montrent donc également la quasi absence d'évolution microstructurale entre l'état déformé et l'état recuit 34h à 264°C .

2.3. Monocristaux Goss

Afin de mieux visualiser l'évolution microstructurale des monocristaux Goss illustrée dans la Figure V-3, une plus large gamme de temps de recuit est présentée dans la Figure V-7. Après 6s et 3min de recuit à 264°C , les microstructures conservent un arrangement semblable à l'état déformé, avec un léger grossissement des sous-grains qui deviennent isotropes. Ensuite, pour les recuits de 60min et 450min, les microstructures restaurées se caractérisent par des sous-grains allongés, rappelant la structure lamellaire des monocristaux Goss déformés, mise en évidence par les cartographies des axes de désorientations (§ IV.3.2.1). Après des recuits plus importants (25h et 34h), les microstructures restaurées sont constituées de sous-grains géométriques, dont les parois sont majoritairement rectilignes. Les sous-grains sont de nouveau isotropes et semblent évoluer vers une stabilité topologique. La majorité des sous-grains ont une taille de 2 à $4\mu\text{m}$ après 34h de recuit. Il faut également souligner qu'aucune croissance anormale de sous-grains n'a été observée, contrairement aux travaux de [Ferry et Humphreys 1996] réalisés sur des monocristaux Al-0,05%Si d'orientation Goss déformés à $\varepsilon=1,4$.

Afin d'illustrer l'évolution des gradients d'orientation au cours du recuit, les désorientations moyennes *non corrélées* (entre pixels aléatoires de la cartographie) sont présentées dans le Tableau V-2 pour différents recuits. Cependant, il n'est pas évident de faire ressortir une tendance nette, si ce n'est une légère diminution comme discuté dans le paragraphe § V.2.1.

Tableau V-2 : Désorientation moyenne *non corrélée* calculée à partir des cartographies EBSD des monocristaux Goss déformés ($\varepsilon=2,3$) et recuits à 264°C et 320°C .

Déformé $\varepsilon = 2,3$	3min	60min	264°C 450min	25h	34h	320°C 10min
8,5°	7,4°	8,3°	7,4°	6,7°	7,3°	6,8°

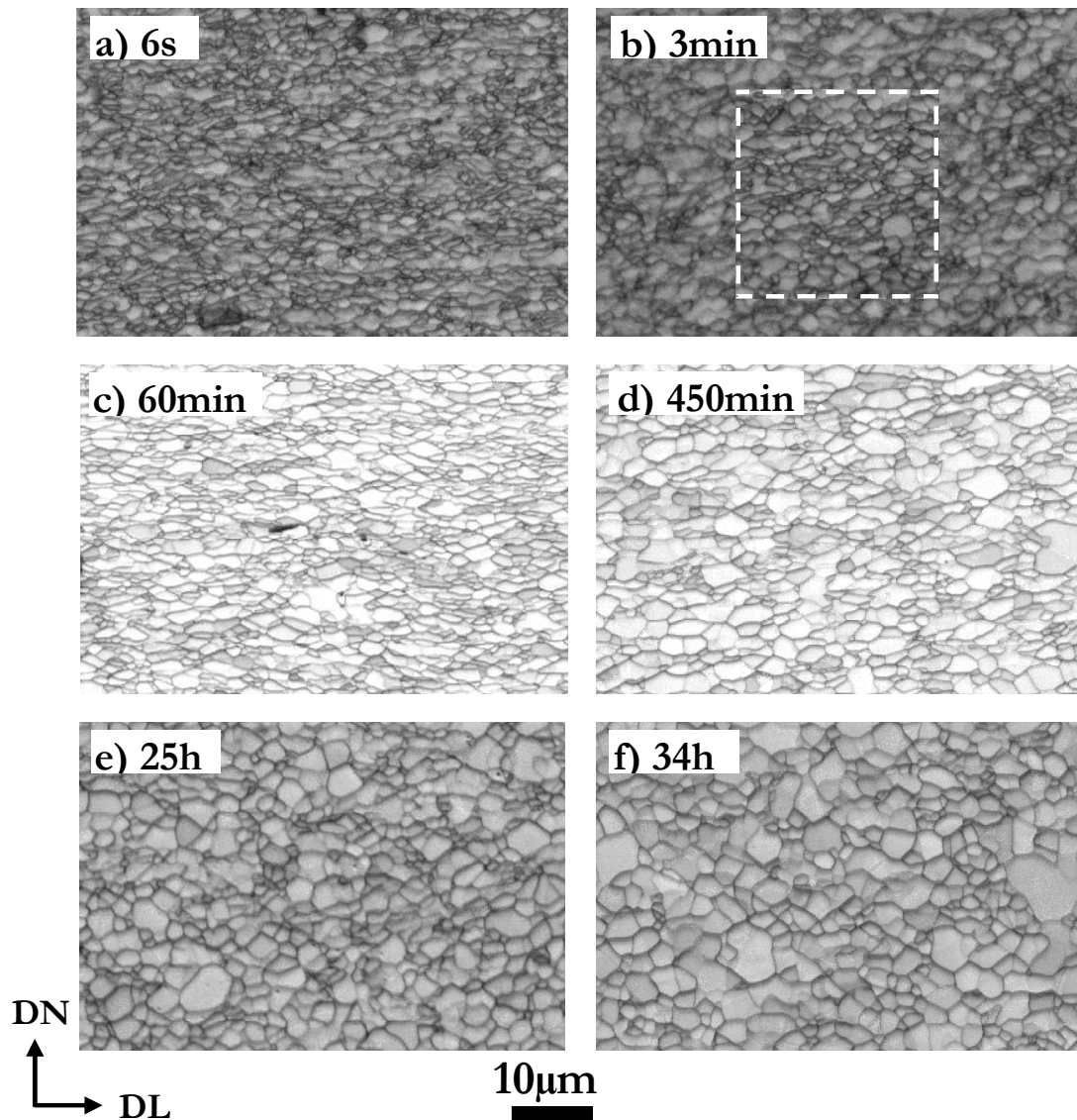


Figure V-7 : Evolution microstructurale au cours du recuit à 264°C des monocristaux Goss ($\varepsilon = 2,3$). Cartographies EBSD en *Band Contrast* : pas de 0,1 μm (sauf 0,05 μm pour b) et 0,15 μm pour d)).

La Figure V-8 présente les détails microstructuraux des monocristaux Goss déformés et après des recuits de 3min et 34h à 264°C (comme la Figure V-6 pour les monocristaux Laiton). Les cartographies des $\underline{\rho}$ montrent un empilement de lamelles vertes et violettes (axe de désorientation autour de $\pm \text{DN}$) pour les microstructures restaurées. Ceci confirme l'effet de mémoire de la structure lamellaire des monocristaux déformés, même après 34h de recuit.

D'après la cartographie des désorientations locales, la microstructure déformée est constituée de cellules de taille inférieure au micromètre. Ces sous-grains sont en fait contenus dans des zones orientées de façon homogène d'une taille bien supérieure, que l'on peut caractériser grâce aux marches des profils de désorientation. Verticalement, les marches dont les hauteurs varient entre 5 et 15°, ont une largeur de 1-4 μm , correspondant à l'espacement

des lamelles. Le profil horizontal indique des marches plus larges ($\sim 3\text{-}4\mu\text{m}$) désorientées entre elles de plusieurs degrés. Ces zones homogènes ont donc une taille de $\sim 2 \times 4\mu\text{m}$. Après 3min de recuit, les sous-grains ont augmenté en taille, mais sont toujours contenus dans les zones orientées de façon homogène, dont la structure n'a guère évolué depuis l'état déformé (taille de $\sim 2 \times 4\mu\text{m}$ d'après les profils). Ce n'est que pour les recuits de 60min et 450min que les sous-grains allongés reflètent la structure de ces zones comme indiqué dans la Figure V-7.

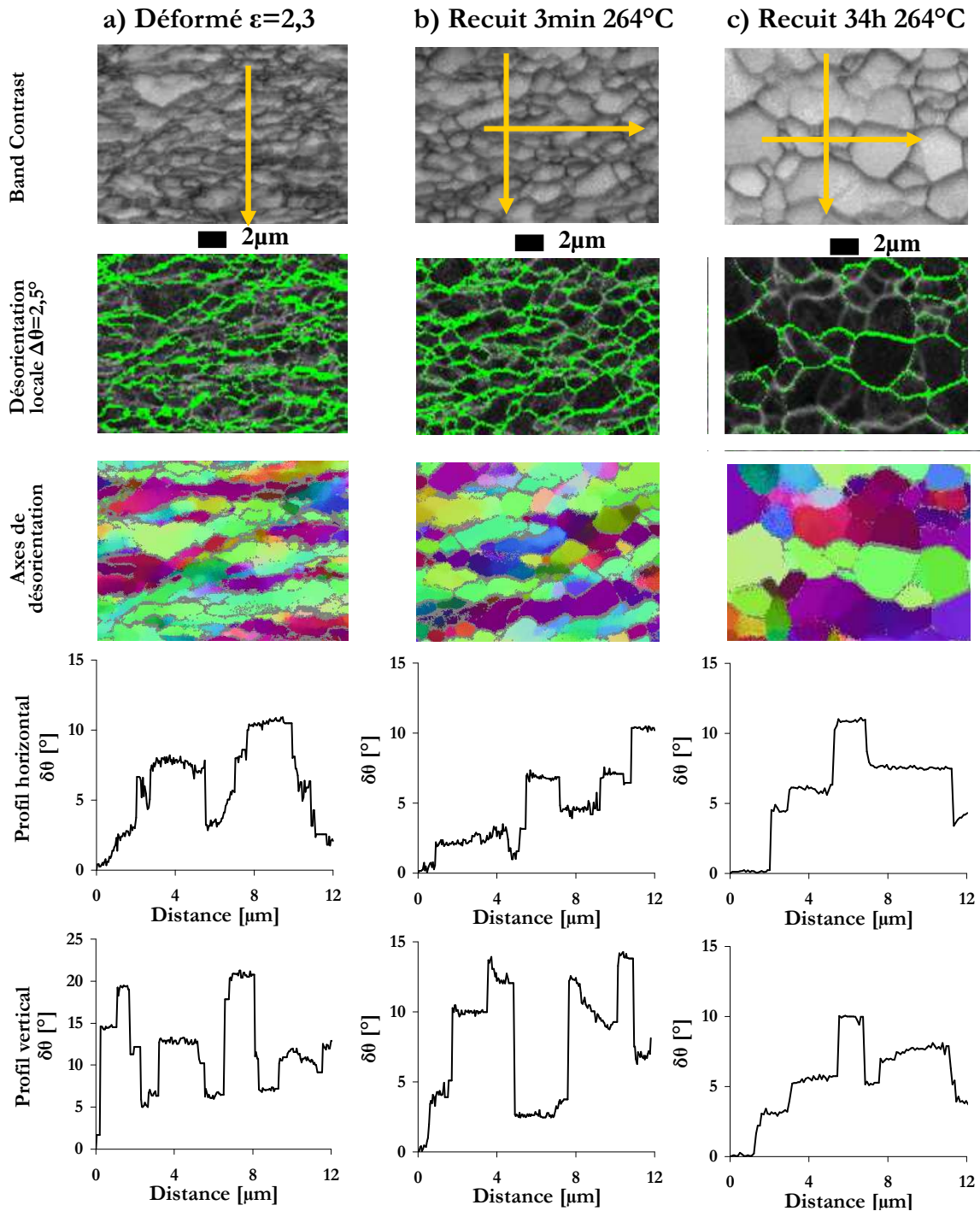


Figure V-8 : Monocristaux Goss déformé ($\epsilon = 2,3$) et recuits 3min et 34h à 264°C : voir détails de la légende de la Figure V-6. (pas de $0,05\mu\text{m}$ pour a-b) et de $0,1\mu\text{m}$ pour c)).

Ensuite, pour des recuits plus importants, les sous-grains deviennent isotropes, croissant plutôt selon la direction DN tout en conservant l'empilement de bandes désorientées de plus de 5°. Pour le recuit de 34h à 264°C, si nous analysons de plus près les larges sous-grains qui apparaissent sur les cartographies en *Band Contrast*, nous constatons que, dans quelques uns, des parois de dislocations existent encore (parois claires sur les cartographies de désorientations locales). De plus, les cartographies des μ montrent également que les larges sous-grains peuvent avoir des zones présentant des axes de désorientation légèrement différents (i.e. léger contraste de couleur).

2.4. Monocristaux S

Les microstructures S sont hétérogènes après une déformation de $\varepsilon = 2,3$. Les microstructures locales ne sont alors pas représentatives comme peuvent l'être les microstructures locales des monocristaux Laiton et Goss. L'idéal aurait été de corrélérer la même zone analysée après déformation et après recuit afin de s'affranchir de cette hétérogénéité. La Figure V-9 illustre néanmoins trois grossissements des microstructures de l'état déformé et après 3min et 34h de recuit à 264°C ; à la manière des Figure V-6 et Figure V-8. De la même façon que pour les monocristaux Goss dans l'état déformé, les sous-grains révélés par le *Band Contrast* semblent être contenus dans des zones homogènes plus larges, possédant les mêmes axes de désorientation (couleurs similaires). Ces zones sont mises en évidence après 3min de recuit où leur taille correspond désormais à la taille des sous-grains. Nous constatons donc un grossissement important de la structure au cours du recuit. Après 34h de recuit, il semblerait que la croissance se poursuive dans des zones possédant des axes de désorientations relativement proches. La croissance des sous-grains semble conserver la mémoire de la structure des microbandes de déformation.

2.5. Résumé des résultats

L'analyse systématique des cartographies EBSD des monocristaux Laiton, Goss et S recuits à 264°C après des temps de recuit différents a mis en évidence deux types d'évolution microstructurale. Pour les monocristaux Laiton, la technique EBSD ne révèle pas d'évolution microstructurale, même après 34h de recuit à 264°C. Les faibles gradients d'orientation sont conservés au cours des recuits. En revanche, un grossissement généralisé de la microstructure apparaît au cours des recuits pour les monocristaux Goss et S. Il semblerait que les sous-grains ne croissent que dans des zones dont les axes de désorientation sont proches. Un effet

de mémoire de la microstructure déformée semble alors apparaître pour ces deux monocristaux.

Tout comme pour les mesures de microdureté, la distinction entre la restauration de type « L » caractéristique des monocristaux Laiton et de type « G » caractéristique des monocristaux Goss et S paraît adaptée.

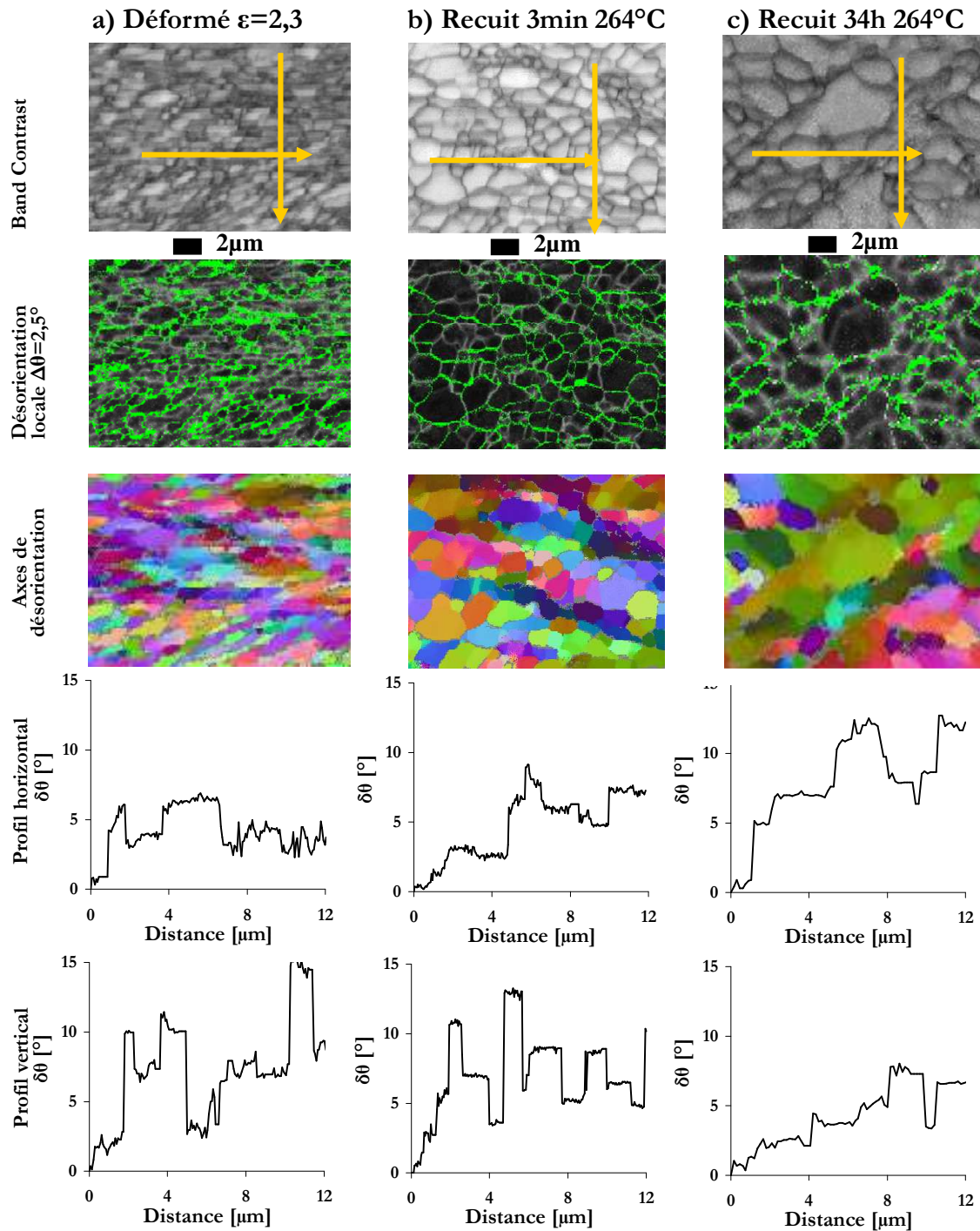


Figure V-9 : Monocristaux S déformé ($\epsilon=2,3$) et recuits 3min et 34h à 264°C : voir détails de la légende de la Figure V-6. (pas de $0,05\mu\text{m}$ pour a-b) et de $0,15\mu\text{m}$ pour c)).

3. EVOLUTION DES PICS DE DRX : GOSS / LAITON

Ce paragraphe est consacré à l'évolution des profils des pics de DRX au cours de recuits modérés, caractérisant ainsi les évolutions de la densité de dislocation ρ et de la taille des domaines cohérents ε_F (§ III.4.4). Cette méthode est complémentaire aux cartographies EBSD (pas d'évolution quantifiable pour les temps courts de recuit) et aux mesures de microdureté (chute importante de la microdureté après quelques secondes de recuits). Ce travail a été réalisé en collaboration avec A. Borbély.

3.1. Choix du vecteur de diffraction [220]

Le vecteur de diffraction g est défini comme le vecteur normal au plan diffractant $\{hkl\}$. Pour indication, le Tableau V-3 récapitule les plans cristallographiques diffractants et leurs intensités diffractées pour une poudre d'aluminium pur. Les monocristaux d'orientations Laiton (110)[-112] et Goss (110)[001] présentent alors l'avantage d'avoir des plans diffractants sur les trois sections typiques de laminage (DL-DN), (DL-DT) et (DT-DN). En revanche, les monocristaux S $\{123\}\langle 634 \rangle$ nécessitent une découpe spécifique pour obtenir un plan diffractant. Les échantillons étant de très petites dimensions, l'orientation S n'a pas été caractérisée à cause de la difficulté de manipulation.

Tableau V-3 : Intensité diffractée pour les plans diffractants dans une poudre d'aluminium pur ; d est la distance interréticulaire et 2θ l'angle de diffraction.

plan $\{hkl\}$	d [Å]	2θ [°]	Intensité [%]
1 1 1	2.338	38.47	100
2 0 0	2.024	44.74	47
2 2 0	1.431	65.23	22
3 1 1	1.221	78.23	24
2 2 2	1.169	82.44	7
4 0 0	1.012	99.08	2
3 3 1	0.929	112.05	8
4 2 0	0.906	116.57	8
4 2 2	0.827	137.46	8

Trois mesures de densité de dislocations ont été réalisées sur les monocristaux Laiton déformés grâce aux vecteurs de diffraction [220] (plan de compression), [1-11] et [2-22] (section longitudinale). Le Tableau V-4 présente les résultats obtenus avec ρ la densité de dislocation « vraie », ρ^*_{M2} et ρ^*_{M4} les densités de dislocation apparentes (obtenues à partir des moments restreints M_2 et M_4) et C_{hkl} le facteur de contraste. Les densités de dislocations calculées à l'aide des trois vecteurs g sont très similaires et sont de l'ordre de $21.10^{13} \text{ m}^{-2}$.

A l'inverse, les résultats obtenus pour les monocristaux Goss (Tableau V-4), diffèrent largement pour les deux vecteurs [220] et [002] (plan de compression et section transverse respectivement). Ceci peut s'expliquer par le fait que les monocristaux Goss déformés à 2,3 sont très désorientés autour de DN. La Figure V-10 schématise la dispersion des vecteurs de diffraction [002] dans le plan de compression, autour de la direction [220]. Finalement, seuls les vecteurs [220] sont fiables pour l'analyse des profils des pics. La densité de dislocations des monocristaux Goss déformés est donc de $20,4 \cdot 10^{13} \text{ m}^{-2}$.

Tableau V-4 : Densité de dislocations mesurées dans des monocristaux Laiton et Goss déformés ($\varepsilon = 2,3$).

Monocristaux	g	$\rho^*_{M2} [10^{13} \text{ m}^{-2}]$	$\rho^*_{M4} [10^{13} \text{ m}^{-2}]$	C_{hkl}	$\rho [10^{13} \text{ m}^{-2}]$
Laiton	[220]	20	19.5	0.15	21.0
	[1-11]	8.6	8	0.17	20.7
	[2-22]	34	32	0.17	20.6
Goss	[220]	19	20	0.15	20.4
	[002]	23	23	0.19	38.3

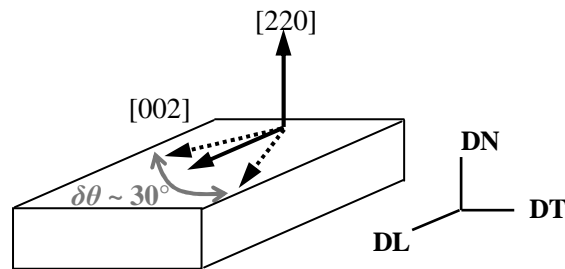


Figure V-10 : Dispersion des vecteurs de diffraction [002] dans les monocristaux Goss déformés ($\varepsilon = 2,3$).

Les densités de dislocation estimées sont identiques dans les monocristaux Laiton et Goss déformés ($20 \cdot 10^{13} \text{ m}^{-2}$), alors que leurs duretés et leurs arrangements microstructuraux sont très différents. Ce résultat est tout à fait surprenant. Cependant, nous pouvons vérifier l'ordre de grandeur de la densité de dislocations grâce à la relation suivante avec la contrainte d'écoulement σ :

$$\sigma = \alpha M \mu b \sqrt{\rho} \quad (33)$$

α : constante $\approx 0,3$

M : facteur de Taylor

μ : module de cisaillement

b : vecteur de Burgers

La contrainte d'écoulement ainsi calculée serait de 80MPa, avec $M = 2,45$ (identique pour Laiton et Goss), $\mu = 26 \text{ GPa}$ et $b = 2,86 \cdot 10^{-10} \text{ m}$. Cette valeur correspond tout à fait aux

contraintes d'écoulement estimées sur les courbes contrainte-déformation de la Figure IV-5 (cf. § IV.2.1), i.e. 80MPa et 90MPa pour les monocristaux Laiton et Goss respectivement.

Pour la suite de l'étude, seul le vecteur de diffraction [220] est utilisé afin de réaliser une analyse comparative Laiton/Goss.

3.2. Evolution de l'élargissement des pics de diffraction

Deux exemples d'évolution des pics de diffraction mesurés à l'aide du vecteur de diffraction [220] sont illustrés à la Figure V-11 pour des monocristaux Laiton recuits à 246°C et à la Figure V-12 pour des monocristaux Goss recuits à 264°C. Les pics de diffraction des deux états déformés ($\epsilon = 2,3$) sont dyssymétriques, alors que les pics sont symétriques après un léger recuit. Ceci pourrait s'expliquer par l'existence de contraintes locales générées par un grand nombre de dislocations libres au sein du matériau déformé, qui disparaissent très rapidement au début du recuit.

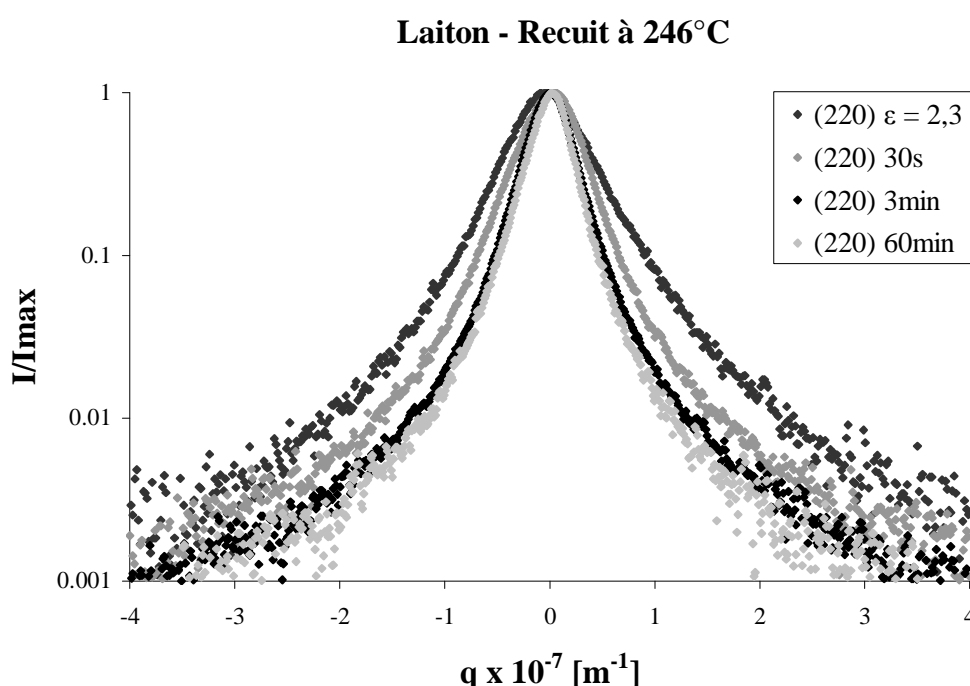


Figure V-11 : Evolution des pics de diffraction ($g=[220]$) au cours d'un recuit à 246°C pour des monocristaux Laiton ($\epsilon = 2,3$).

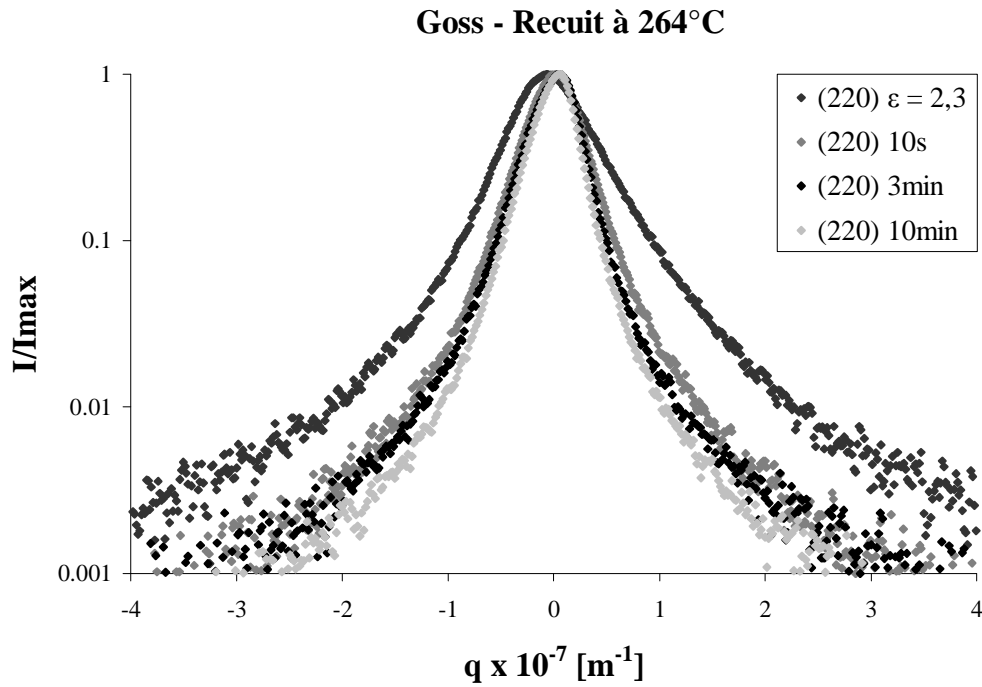


Figure V-12 : Evolution des pics de diffraction ($g=[220]$) au cours d'un recuit à 264°C pour des monocristaux Goss ($\varepsilon = 2,3$).

L'élargissement du pic est classiquement caractérisé par les paramètres β (aire du pic) et $\Delta\theta_{1/2}$ (largeur à mi-hauteur). Leurs évolutions au cours de recuit à 246°C et 264°C pour les monocristaux Laiton et Goss sont présentées dans la Figure V-13. La décroissance des paramètres β et $\Delta\theta_{1/2}$ semble suivre une loi logarithmique. De plus, il est tout à fait surprenant que les données des monocristaux Laiton et Goss soient très proches, voire superposées pour le recuit à 264°C. Les paramètres β et $\Delta\theta_{1/2}$ ne sont donc pas assez sensibles pour distinguer une différence de cinétique de restauration.

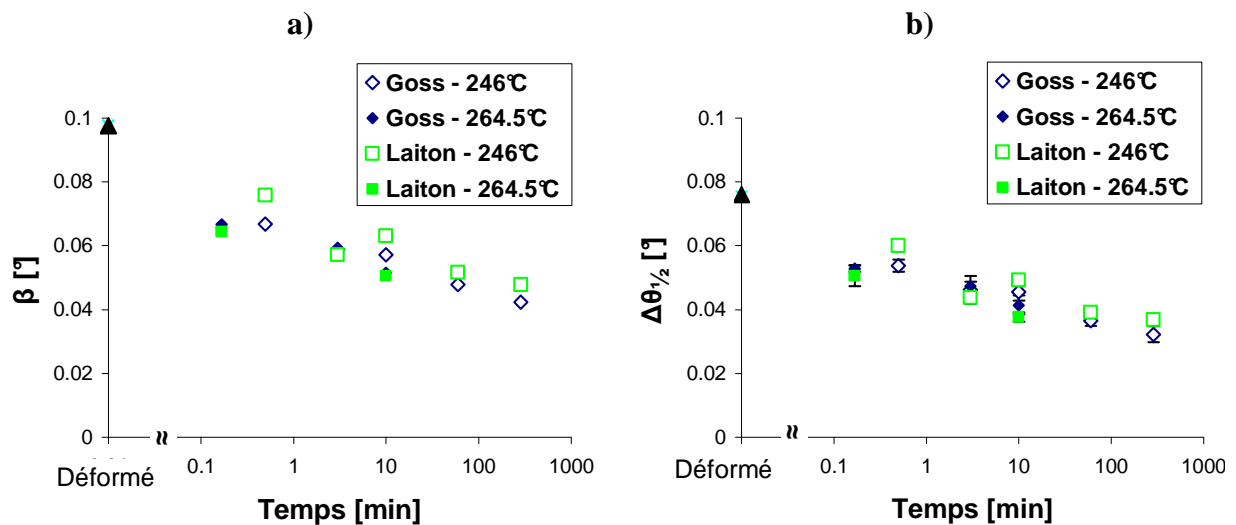


Figure V-13 : Evolution des paramètres β (a) et $\Delta\theta_{1/2}$ (b) au cours de recuits à 246°C et 264°C pour les monocristaux Laiton et Goss déformés ($\varepsilon = 2,3$).

3.3. Evolution de la densité de dislocations

Les densités de dislocation évaluées pour les monocristaux Goss et Laiton en fonction du temps de recuit sont indiquées sur les graphes de la Figure V-14. Comme vu précédemment, les densités de dislocations sont égales pour les deux monocristaux déformés ($\sim 20.10^{13} \text{m}^{-2}$).

Pour les monocristaux Laiton restaurés, les données sont légèrement dispersées mais suivent tout de même une tendance. Après des temps courts de recuit à 246°C et 264°C , la densité de dislocation chute d'un facteur 2 ($\sim 10.10^{13} \text{m}^{-2}$) et décroît jusqu'à atteindre une valeur de $\sim 4.10^{13} \text{m}^{-2}$ après une dizaine de minutes. La décroissance semble plus rapide à plus haute température.

Dans les monocristaux Goss, une observation remarquable est que la cinétique de décroissance de la densité de dislocations est identique aux deux températures. Après quelques secondes de recuit, les densités de dislocations ont chuté d'un facteur 3 ($\sim 7.10^{13} \text{m}^{-2}$) et diminuent légèrement par la suite pour atteindre une valeur de $\sim 5.10^{13} \text{m}^{-2}$ à $t = 300 \text{min}$.

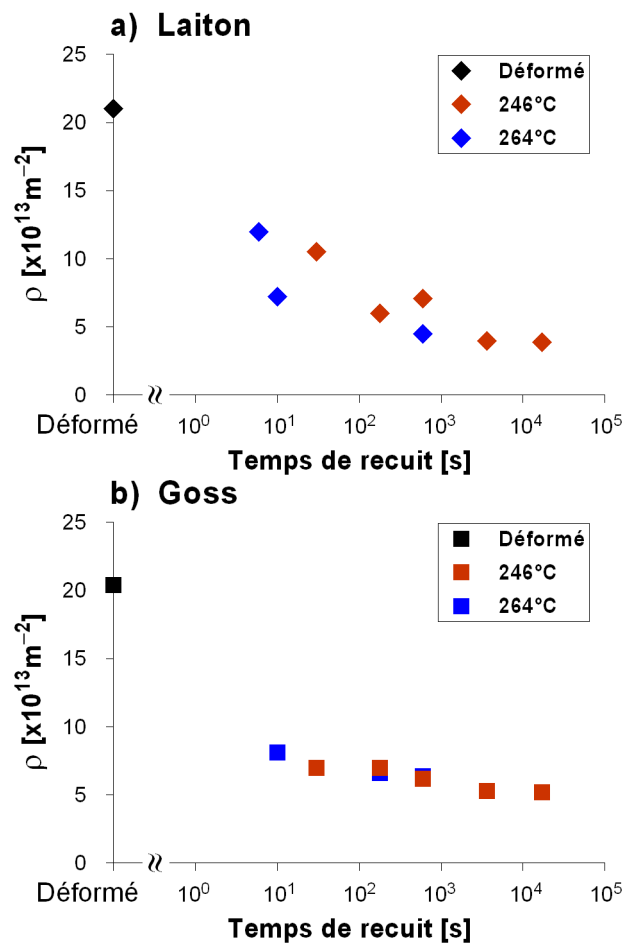


Figure V-14 : Evolution de la densité de dislocations au cours de recuits à 246°C et 264°C pour les monocristaux Laiton (a) et Goss (b) déformés ($\epsilon = 2,3$).

3.4. Evolution de la taille des domaines cohérents

En analysant un échantillon de Cuivre déformé par ECAP (grains micrométriques), [Ungár *et al.* 2001] ont observé que la taille des domaines cohérents ε_F évaluée grâce aux profils des pics de DRX est proche de la taille d'un volume de cristal presque parfait (sans dislocation) analysé au MET. Ce dernier peut être très peu désorienté comme largement désorienté par rapport à son environnement. Ainsi, nous retiendrons que ε_F peut être relié à une grandeur physique caractérisant l'arrangement des dislocations dans le matériau. Il correspondrait alors à l'espacement entre les parois de dislocations. Pour la suite de l'étude, il faut donc bien distinguer ε_F , équivalent à la taille d'une cellule de dislocations, et la taille des sous-grains d . Pour une microstructure déformée, la taille de ε_F serait bien inférieure à d . Par contre, pour des microstructures bien restaurées, il n'est pas exclu que la taille de ε_F tende vers d .

Les estimations de ε_F sont obtenues à partir des mêmes profils de pic de DRX que pour la détermination des densités de dislocations. Leur évolution est présentée dans la Figure V-15.

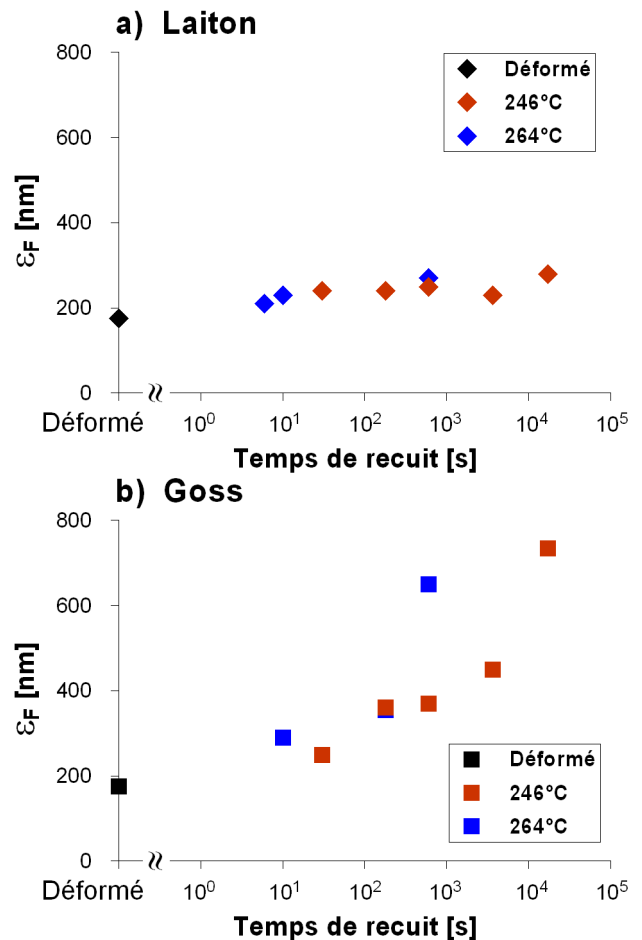


Figure V-15 : Evolution de la taille des domaines cohérents au cours de recuits à 246°C et 264°C pour les monocristaux Laiton (a) et Goss (b) déformés ($\varepsilon = 2,3$).

A l'état déformé, une valeur équivalente de $\varepsilon_F = 175 \pm 25$ nm est déterminée pour les deux monocristaux. Pour les monocristaux Laiton restaurés, ε_F augmente très légèrement et semble atteindre un pallier autour de 250nm. Cela signifie que l'espacement entre les parois de dislocations n'évolue quasiment pas aux temps courts de recuit à ces deux températures. En revanche, une croissance notable de la taille des domaines cohérents est observée pour les monocristaux Goss restaurés. Après seulement quelques minutes de recuit, leur taille est supérieure à 500nm. La température a ici une nette influence : plus elle est élevée, plus la croissance est rapide.

3.5. Résumé des résultats

La détermination de ρ et de ε_F grâce à l'élargissement des pics de DRX a permis de révéler des résultats très surprenants. A l'état déformé, nous avons évalué pour les monocristaux Goss et Laiton une densité de dislocation similaire ($\rho \approx 20.10^{13} \text{m}^{-1}$) et une taille de domaine cohérent similaire ($\varepsilon_F \approx 175 \text{nm}$).

Ensuite, les évolutions de ρ et de ε_F se distinguent aux temps courts des recuits à 246°C et 264°C. Pour les monocristaux Laiton, une décroissance progressive de ρ est observée. Par contre, il n'y a pas de nette évolution de ε_F . En revanche, dans les monocristaux Goss, ρ chute au début du recuit, mais semble atteindre un régime permanent (très faible décroissance). Un grossissement général de ε_F est observé.

4. DISCUSSION

Cette étude sur les monocristaux présente plusieurs avantages comparativement aux études sur les polycristaux. Les microstructures de déformation sont alors connues et nous pouvons suivre l'évolution des paramètres (Hv , d , ρ , $\delta\theta$) au cours des différents recuits. Leur évolution est alors caractéristique de la restauration pour une microstructure donnée, sans l'intervention des hétérogénéités aux joints de grain ni l'apparition de la recristallisation au cœur du matériau. Ceci est tout à fait impossible pour une étude sur des polycristaux.

Nous nous sommes limités à l'étude systématique de deux températures (246°C et 264°C). Malheureusement, ceci n'est pas suffisant pour estimer l'énergie d'activation mise en jeu. Cependant, [Barou et al. 2010] ont établi que le mécanisme limitant est le traînage des atomes de soluté dans des polycristaux Al-0,1%Mn (même alliage que notre étude) déformés à $\varepsilon = 1,6$. Les auteurs ont trouvé une énergie d'activation de 193kJ/mol, qui est proche de l'énergie

de diffusion des atomes de Mn dans l'aluminium (210-220kJ/mol). De même, les évolutions des paramètres $R_{(Hv)}$ sont semblables à d'autres études sur des alliages industriels [Furu et al. 1995] [Sæter et al. 1998]. Nous pouvons faire raisonnablement l'hypothèse que l'énergie d'activation correspond à la diffusion du soluté. Le mécanisme limitant serait donc le traînage des atomes.

Dans un premier temps, les deux types de restauration « L » et « G » seront détaillées plus précisément. Ils caractérisent deux cinétiques de restauration différentes, caractérisées par la décroissance des propriétés mécaniques, i.e. la variation de $R_{(Hv)}$ dans notre étude. L'adoucissement du type « G » est deux fois plus rapide que celui du type « L ». Nous proposerons alors un mécanisme de restauration pour expliquer ces différences.

4.1. Restauration de type « L »

La restauration de type « L » caractérise la restauration des monocristaux Laiton ($\epsilon = 2,3$) pour des recuits modérés. Nous rappelons que cette orientation est stable en laminage. La microstructure de déformation est peu désorientée, présentant un arrangement homogène de la sous-structure. Les parois des sous-grains ne sont pas bien définies et de faibles gradients d'orientation sont présents ($\sim 1^\circ/\mu\text{m}$ sur une distance de quelques μm). Ils sont en fait le résultat de la fragmentation des microbandes de déformation qui transitent vers une structure lamellaire.

La très faible croissance des domaines cohérents au cours de recuits modérés traduit la stabilité de la structure des dislocations. Cette stabilité a également été observée à l'aide des cartographies EBSD pour des recuits plus conséquents (34h à 264°C et 10min à 320°C). Nous n'avons pas pu quantifier la taille des sous-grains avec les cartographies EBSD, étant donné que la majeure partie d'entre eux ne sont pas fermés avec un critère de désorientation de $\delta\theta=0,7^\circ$ (résolution limite de l'EBSD). En revanche, les cartographies des axes de désorientations indiquent clairement qu'il n'y a pas de croissance des sous-grains. Par ailleurs, les microstructures déformées et restaurées sont constituées de sous-joints diffus qui ne s'organisent pas en parois rectilignes. Cela signifie que la force motrice liée à la réduction de l'énergie de surface n'intervient pas à cette étape de la restauration.

Il semblerait alors qu'un réarrangement des dislocations s'opère par annihilation (décroissance de la densité de dislocation), mais également par la formation d'une structure polygonisée (stabilité de la structure des dislocations). En effet, les faibles gradients d'orientation qui se conservent tout au long des recuits pourraient alors provenir d'un

arrangement stable de dislocations coin (polygonisation) comme illustré dans la Figure II-12. Cette configuration stable nécessite une grande quantité d'énergie pour dissoudre les parois de dislocations ainsi formées. Ce mécanisme a déjà été observé par [Gleiter 1969] dans des alliages Al-Cu déformé à froid à $\varepsilon = 2,3$ au cours d'un recuit in-situ. Alors que la majeure partie des sous-grains croît par migration des parois, les sous-joints entre deux cellules peu désorientés ($\delta\theta < 0,3^\circ$) émettent des dislocations. L'énergie thermique apportée au cours du recuit pourrait alors être consommée par le matériau pour extraire les dislocations des sous-joints peu désorientés. Ce mécanisme correspondrait finalement au mécanisme de coalescence proposé par [Sandström 1977-a]. De plus, ceci confirmerait la suggestion proposée par Saetre et Li comme quoi l'orientation Laiton serait idéale pour étudier la coalescence [Saetre 1996].

Le modèle analytique associé au type « L » pourrait être une description de la restauration selon une contribution unique de $\rho(t)$ (voir § II.2.3.2.2). En effet, les évolutions de $R_{(Hv)}$ et de $\rho(t)$ suivent une décroissance logarithmique en fonction du temps alors que la taille des sous-grains reste constante. Ces observations sont tout à fait en accord avec le modèle analytique de la restauration des propriétés mécaniques proposé par [Nes 1995]. Selon ce modèle, la fraction résiduelle $R_{(Hv)}$ est considérée comme une fonction dépendant de la densité de dislocation à l'intérieur des sous-grains et de l'évolution de la taille des sous-grains, telle que : $R_{(Hv)} = f \cdot \sqrt{\rho_{int}(t)/\rho_0} + (1-f) \cdot d_0/d(t)$; l'indice « 0 » qualifie les valeurs de l'état déformé. Nous avons caractérisé la densité totale de dislocations par DRX, de l'intérieur des sous-grains et des parois constituant les sous-joints. Nous pouvons donc déduire, d'après le modèle de Nes, que la décroissance de $R_{(Hv)}$ est principalement liée à la décroissance de $\rho(t)$.

4.2. Restauration type « G »

L'adoucissement de type « G » est rencontré dans les monocristaux Goss et S. Il se caractérise par une chute importante de la microdureté au début du recuit et par un grossissement généralisé de la microstructure tout au long du recuit. La croissance des sous-grains s'effectue tout d'abord dans les zones environnantes possédant un axe de désorientation semblable. Ensuite, les sous-grains semblent croître dans des zones plus désorientées. Ils évoluent alors vers une stabilité topologique, i.e. avec des sous-joints rectilignes formant des angles proches de 120° . Ceci a été observé dans les monocristaux Goss, mais pas dans les monocristaux S qui ne semblent pas avoir atteint ce régime.

Par ailleurs, nous avons observé que les évolutions de $R_{(Hv)}$ aux trois températures (246°C, 264°C et 322°C) sont très proches pour les monocristaux Goss et S, traduisant ainsi une cinétique de restauration proche. La pente des courbes de $R_{(Hv)}$ est de l'ordre de $-0,04\ln(t)$.

A cela s'ajoute un autre point commun non négligeable qui est la distribution des désorientations au sein du matériau déformé. Bien que les microstructures déformées à $\varepsilon=2,3$ soient très différentes, les distributions des désorientations par rapport à la moyenne sont quasiment identiques, comme le montre la Figure V-5, avec une dispersion d'orientation très large, de 1° à 18°. L'ordre de grandeur des gradients d'orientation dans les microstructures déformées peut être donné par les désorientations moyennes *non corrélées*. Ces dernières sont également semblables pour les monocristaux Goss et S, et sont de l'ordre de 8°.

D'après les mesures de DRX dans les monocristaux Goss restaurés, environ 60% des dislocations sont annihilées après quelques secondes de recuit à 246°C et à 264°C. Elles correspondent vraisemblablement aux dislocations libres à l'intérieur des sous-grains qui sont rapidement éliminées au début du recuit. Au cours du recuit, les densités de dislocations décroissent très légèrement, alors que la taille des domaines cohérents (puis des sous-grains) augmente très rapidement. La faible décroissance de la densité de dislocation serait liée, dans ce cas, à l'élimination des dislocations des parois des sous-grains lors du grossissement de la microstructure. Le mécanisme de restauration peut alors être décrit par la seule contribution de $d(t)$, i.e. par la migration des sous-joints (voir § II.2.3.2.3).

4.3. Mécanisme envisagé pour la restauration

Nous avons clairement mis en évidence l'influence de l'orientation cristalline sur la cinétique de restauration, ce qui est en accord avec quelques observations récentes. [Barou 2009] avait montré que la croissance des sous-grains est plus rapide dans les grains Goss déformés que dans les grains de la fibre β pour des polycristaux Al-0,1%Mn et Al-0,3%Mn ($\varepsilon=1,6$). De même, en étudiant la restauration d'un polycristal AA1200 ($\varepsilon = 2$), [Xing et al. 2006] ont observé que des grains d'orientation Laiton et Cuivre restaurent beaucoup moins vite que des grains d'orientation proche de S et de Cube (voir Figure II-14). Sans preuve expérimentale, les auteurs ont proposé que cette différence soit issue des dispersions d'orientation qui diffèrent selon les orientations cristallines.

En revanche, notre analyse sur les monocristaux Laiton et Goss nous permet d'aller plus loin dans la compréhension de l'influence de l'orientation cristalline. Tout d'abord, la force motrice pour la restauration est supérieure pour les monocristaux Goss et S que pour les

monocristaux Laiton, étant donné que la restauration des propriétés mécaniques (décroissance de $R_{(Hv)}$) est deux fois plus rapide. Or les monocristaux Laiton et Goss déformés ($\varepsilon=2,3$) ont sensiblement la même densité de dislocation ($\sim 20.10^{13} \text{m}^{-1}$). Ceci est un cas exceptionnel qui montre que la cinétique de restauration peut être différente pour une densité de dislocation constante. Cette observation n'a jusqu'à présent jamais été évoquée dans la littérature. Nous avons donc étudié un cas tout à fait particulier qui nous permet de comprendre l'influence d'un paramètre autre que ρ .

Nous ne pouvons pas expliquer la différence de la cinétique de restauration par le seul paramètre ρ . Si nous nous référons à la formulation classique de l'énergie stockée associée à ρ donnée par l'équation (1) (§ II.2.1.1), la constante α introduit l'arrangement des dislocations :

$$E_{stockée} = \alpha \rho \mu b^2$$

La constante α est difficilement accessible et elle varie classiquement entre 0,2 et 0,5. Sachant que les arrangements des dislocations sont très différents pour les monocristaux Laiton et Goss déformés, nous pouvons alors proposer que la différence d'énergie stockée, et donc la force motrice pour la restauration, provient de la différence de la répartition des dislocations. [Verdier 1996] avait d'ailleurs fait le même constat en étudiant la restauration d'alliages Al-2,5%Mg déformés.

Sans tenir compte des différences d'orientation cristalline, [Furu et al. 1995] avaient discuté de la nécessité d'introduire le paramètre β en plus de la densité de dislocation et de la taille des sous-grains pour modéliser la restauration. Ce paramètre β définit le gradient d'orientation qui existe le long de sous-grains voisins. Etant conscients que ces gradients ont un rôle important sur la cinétique de restauration, ils ont proposé un modèle tenant compte de β . Malheureusement, l'introduction de β n'a pas modifié leurs résultats théoriques.

[Huang et al. 2000-b] ont reporté une étude systématique sur la mobilité des sous-joints en fonction de la désorientation. Pour cela, ils ont déformé à chaud (300°C-500°C) des monocristaux Al-0,05%Si d'orientation Cube afin de générer des gradients d'orientation bien distincts au sein de bandes horizontales. Ils ont en effet observé que la mobilité des sous-joints ($2,3^\circ < \delta\theta < 20^\circ$) augmente avec la désorientation. Ils ont alors émis l'hypothèse que les différences proviennent sûrement des différences de structure des sous-joints, mais ne fournissent pas d'explication.

Dans notre cas, grâce à l'étude systématique réalisée par DRX sur les monocristaux Laiton et Goss, nous avons pu montrer une différence sur l'évolution de l'arrangement des dislocations, qui se traduit par une cinétique de restauration différente. Les microstructures

des monocristaux Goss sont formées d'empilement de lamelles désorientées de $\sim 5^\circ$ en moyenne. Elles présentent une dispersion d'orientation deux fois plus importante que celles des monocristaux Laiton, qui sont constituées d'une structure en échiquier très peu désorientée. Par ailleurs, les gradients d'orientation à longue distance (caractérisés par la désorientation *non corrélée*) sont conservés tout au long du recuit. Nous avons également observé que la cinétique de restauration reste constante pour les monocristaux Laiton et Goss (pente de $R_{(Hv)}$ de $-0,02.\ln(t)$ et $-0,04.\ln(t)$ respectivement). A ρ constant, cette étude permet ainsi de mettre en évidence l'importance des gradients d'orientation sur la cinétique de restauration.

De plus, il semblerait que les monocristaux Goss et S aient la même cinétique de restauration d'après l'évolution des paramètres $R_{(Hv)}$ (pente de $-0,04.\ln(t)$ pour les deux orientations) bien que leurs microstructures et leurs duretés initiales soient différentes. En revanche, dans ce cas-ci, la dispersion de l'orientation est située autour de 8° pour les deux orientations. Nous nous attendrions cependant à ce que la densité de dislocation soit plus élevée dans les monocristaux S que dans les monocristaux Goss (contrainte d'écoulement supérieure d'après les courbes de contrainte-déformation). La question reste ouverte : les gradients d'orientation auraient-ils une influence prépondérante sur la cinétique de restauration ? Pour y répondre, il faudrait étudier d'autres microstructures, possédant des désorientations moyennes différentes avec des densités de dislocations connues, pour qu'il soit possible de relier quantitativement l'influence de ces deux paramètres sur la cinétique de restauration.

En comparant les mécanismes de la restauration des monocristaux Laiton et Goss déformés ($\epsilon = 2,3$), les arrangements des dislocations apparaissent comme le principal paramètre influençant la cinétique. Ils sont schématisés sur la Figure V-16 pour les monocristaux Laiton (structure en échiquier peu désorientée), Goss (empilement de lamelles désorientées de 5°) et S (décomposition des microbandes). Les sous-joints sont illustrés par les dislocations noires ; les dislocations libres et les parois incidentes de dislocations par les dislocations grises. Les bandes sont teintées en différents niveaux de gris afin de représenter graphiquement les désorientations entre chacune d'entre elles. Nous pouvons alors envisager les mécanismes de restauration suivants :

- Type « G » : les dislocations libres au cœur des sous-grains vont pouvoir s'annihiler quasiment instantanément par annihilation par paires ou en étant absorbés par les sous-

grains grâce à la force motrice liée à l'importante désorientation moyenne. Les sous-grains sont alors parfaits, « nettoyés » de toutes les dislocations libres. La migration des sous-joints s'amorce ensuite, typiquement après un temps de relaxation τ qui dépend de la température. Les sous-grains croissent tout d'abord dans des zones homogènes peu désorientées possédant un axe de désorientation similaire. La microstructure évolue ensuite vers une stabilité topologique par migration des sous-joints.

- Type « L » : la force motrice liée à l'énergie stockée n'est pas suffisante pour que les dislocations libres soient absorbées par les parois des sous-grains. Une partie des dislocations s'annihilent par paires ; mais les dislocations restantes forment une structure polygonisée, i.e. un arrangement stable de dislocations coin, qui conserve les faibles gradients d'orientation. Le grossissement de la microstructure serait généré par l'extraction des dislocations à partir de ces parois de dislocations, et non à la migration des sous-joints.

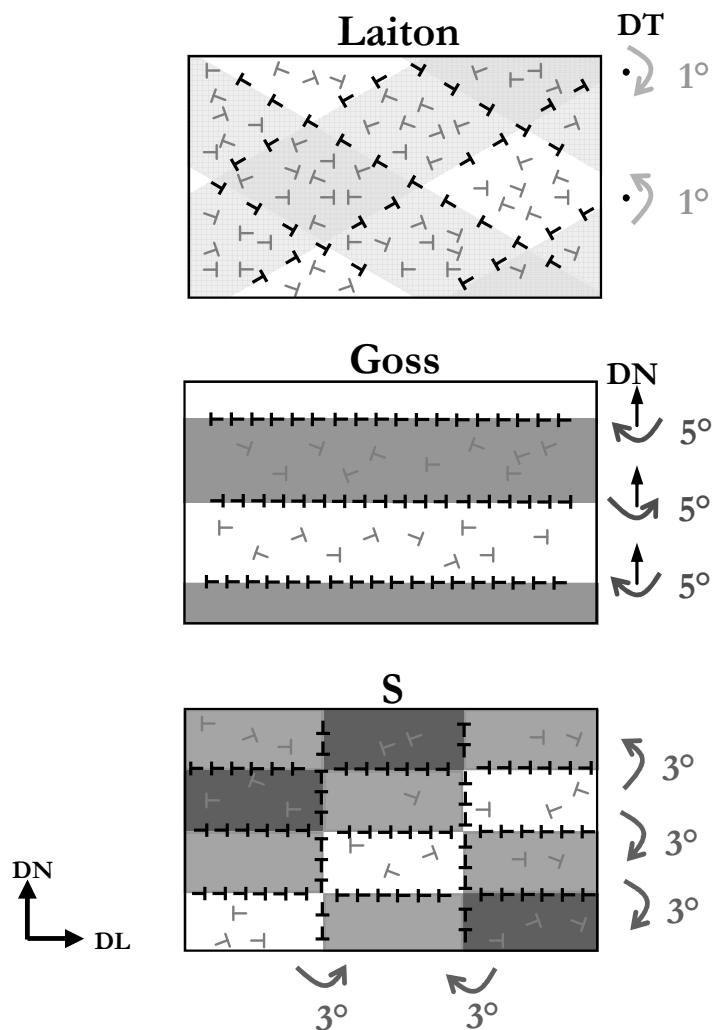


Figure V-16 : Schéma de l'arrangement des sous-joints et des dislocations dans les monocristaux Laiton, Goss et S déformés à $\varepsilon=2,3$.

5. CONCLUSIONS

Nous avons pu mettre en évidence une influence de l'orientation cristalline sur les mécanismes de la restauration au cours de recuit modéré post-déformation. La désorientation au cœur du matériau a un rôle déterminant sur la cinétique de restauration au début du recuit.

L'adoucissement de type « L », observé dans les monocristaux Laiton ($\varepsilon = 2,3$), s'apparente au mécanisme de coalescence, i.e. la dissolution des dislocations des parois peu désorientées. La faible désorientation au sein du matériau ne procure pas la force motrice nécessaire à la migration des parois de dislocations.

En revanche, l'adoucissement de type « G » est caractéristique de microstructures déformées plus énergétiques comme pour les monocristaux Goss et S. Les dislocations libres sont très rapidement annihilées et la restauration s'opère ensuite par la migration des sous-joints. Les cinétiques de restauration sont semblables à celles rencontrées dans les alliages d'aluminium de pureté commerciale.

VI GERMINATION DANS DES POLYCRISTAUX

Après les études de la restauration dans les monocristaux d'orientation stable en laminage, la transition restauration / germination est maintenant examinée dans les polycristaux. La finalité de cette étude est de relier directement la sous-structure locale de déformation avec la germination après un recuit modéré sur exactement la même aire d'analyse. Ceci permet d'éviter en partie le problème de *destroyed evidence*, la perte d'évidence introduite par [Duggan et al. 1993] (cf. § II.3.). Une grande partie de ce travail a été menée à IIT-Bombay en collaboration avec le professeur I. Samajdar et S. Raveendra dans le cadre du projet franco-indien IFCPAR.

1. GERMINATION DE LA TEXTURE CUBE

Cette étude a été réalisée sur des échantillons polycristallins de haute pureté Al-0,1%Mn possédant une taille de grains initiale d'environ 260 μ m et une faible texture (cf. § III.2.3). Ces derniers ont été déformés en compression plane jusqu'à un taux de déformation de $\epsilon=2,3$. Les courbes de contrainte-déformation sont illustrées dans la Figure IV.5, comparativement aux courbes des monocristaux Laiton, Goss et S. Nous avons ensuite suivi l'évolution microstructurale d'une même zone analysée au cours de recuits à 275°C et 300°C.

1.1. Evolution d'une texture locale par DRX

La texture locale au cœur d'un échantillon a tout d'abord été caractérisée par une technique standard de diffraction des rayons X. La section DL-DT alors analysée est de l'ordre de 2x2mm. Les textures mesurées ne sont pas caractéristiques de la macrotexture du polycristal déformé. Nous avons cependant déterminé l'évolution des textures au cours de recuits ex-situ à 300°C sur cette même section. Les valeurs sont alors pertinentes car elles traduisent l'évolution d'une texture locale. La Figure VI-1 illustre l'évolution des fractions volumiques des textures au cours de ce recuit à 300°C. Les textures de laminage (fibre β) représentent

plus de 90% de la microstructure déformée : 48% de S, 38% de Cu et 12% de Br. La texture Cube a une fraction volumique non négligeable de 1,8%.

Après 1h de recuit, la germination de la texture de recristallisation a pu être mise en évidence. La texture S a légèrement diminué alors que la texture Cube a augmenté. Les variations de ces deux composantes sont opposées. Comme nombre d'auteurs l'ont constaté, cela suggère que des grains recristallisés Cube ont une croissance préférentielle dans l'orientation S. Après 2h de recuit, la texture globale change : les composantes S et Cu diminuent très fortement, alors que la composante Cube reste stable. De faibles variations ont lieu pour les composantes Laiton (diminution) et Goss (augmentation).

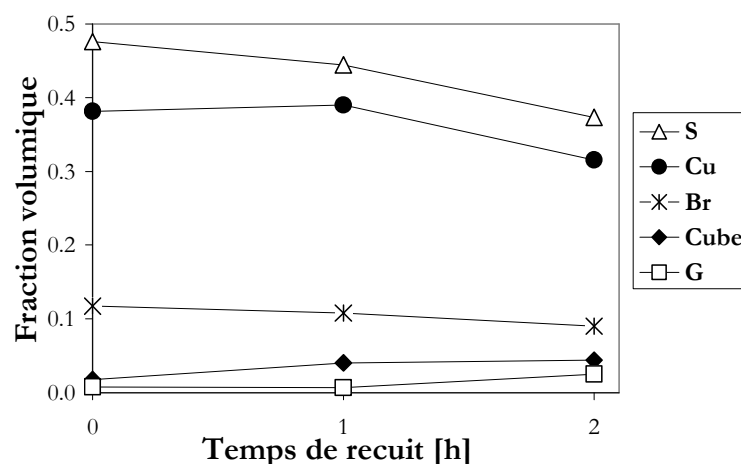


Figure VI-1 : Evolution des fractions volumiques de différentes textures au cours d'un recuit à 300°C.

1.2. Corrélation directe Microstructure déformée / après recuit

L'évolution des microstructures au cours des recuits a été étudiée par EBSD avec la méthode des recuits ex-situ, détaillée dans le chapitre III (cf. § III.3.2.2.). Dans un premier temps, nous avons sélectionné une aire d'analyse de 150x300µm contenant des fragments Cube à l'état déformé (section DL-DN) en effectuant une acquisition EBSD avec un pas de 0,1µm. Puis nous avons suivi l'évolution de la microstructure sur ces aires pré-sélectionnées après des recuits subséquents (recuits à 275°C et 300°C). Cette méthode fournit un lien microstructural direct entre les microstructures déformées et celles après le recuit.

La Figure VI-2a montre un aperçu général d'une microstructure de l'état déformé ($\epsilon = 2,3$). L'orientation des grains est indiquée sur la gauche selon les différentes composantes de la fibre β , i.e. Laiton, Cuivre et S (voir Tableau III-1). Les composantes Rd caractérisent les orientations autres que les composantes Cube et que les composantes de la fibre β . La microstructure contient majoritairement des grains de la fibre β (teintes grises) ; mais nous

pouvons également observer des fragments d'orientation Cube (couleur rouge). Leur présence est sans équivoque. L'évolution microstructurale après un recuit de 1h à 300°C est présentée dans la Figure VI-2b. De large grains Cube recrystallisés apparaissent exactement sur des zones possédant des fragments de grains Cube dans l'état déformé.

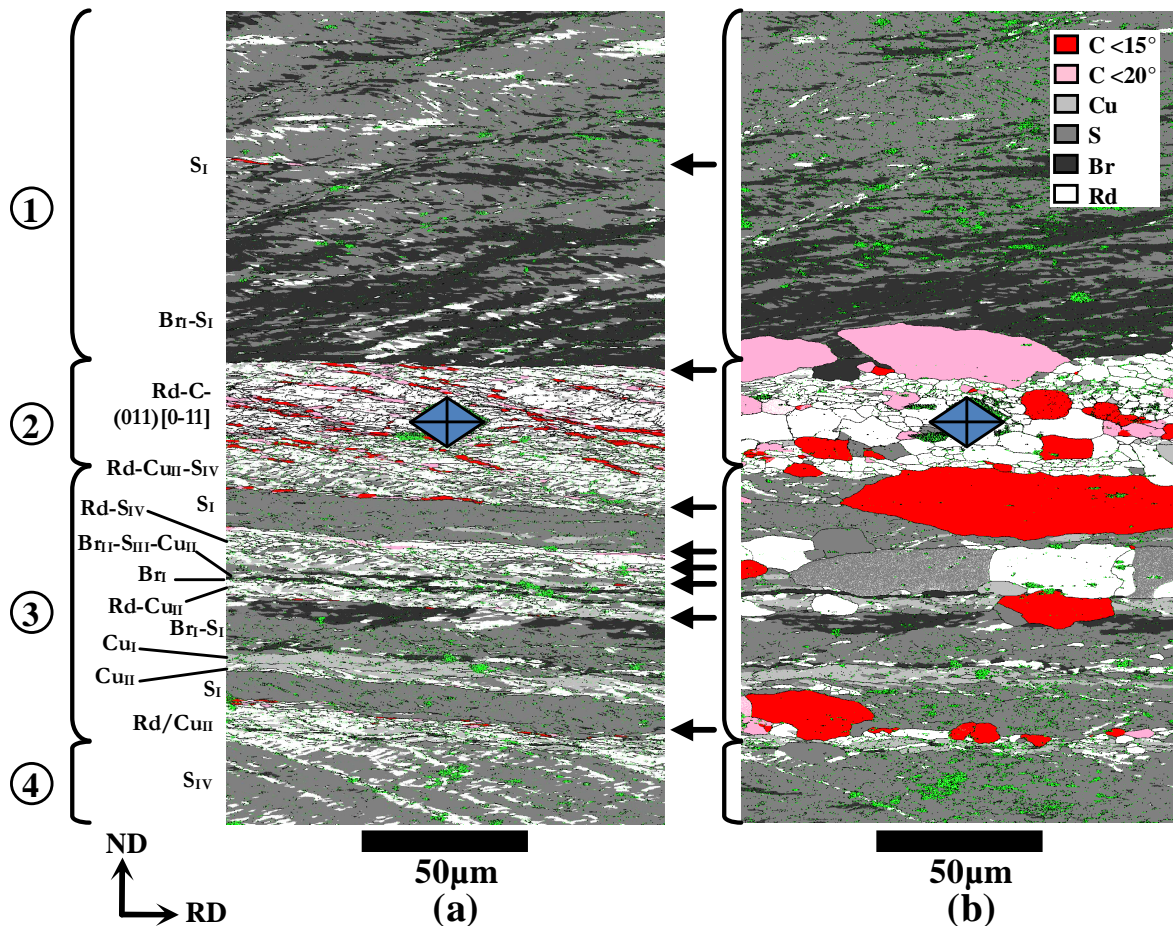


Figure VI-2 : Bandes Cube (rouge) dans la microstructure déformée ($\epsilon=2,3$) (a) et la même zone analysée après un recuit de 1h à 300°C (b) (Cartographie EBSD réalisée avec un pas de 0,1µm). Les flèches indiquent la situation des grains Cube intergranulaires.

Dans l'état déformé, quatre zones se distinguent : (1) une matrice relativement homogène d'orientation S et Laiton ; (2) un grain déformé contenant des bandes de cisaillement localisé, inclinées d'environ 15° par rapport à DL ; (3) un empilement de bandes S et Cuivre de 10-20µm d'épaisseur ; et (4) de nouveau une matrice S relativement homogène. Les grains Cube apparaissent soit en bandes/segments intragranulaires dans un grain sous forme de bandes de cisaillement localisé, soit entre deux grains. La localisation de tels grains « intergranulaires » est indiquée par les flèches. Leurs comportements après des recuits modérés sont analysés dans les paragraphes suivants. Une bande Cube située dans la matrice S de la zone (1) est également présente. Cependant, cette dernière disparaît au cours d'un recuit subséquent.

Au cours de cette analyse ex-situ, nous n'avons pas décelé de grossissement de la microstructure au sein des grains S, Cuivre et Laiton (typiques de fibre β). La taille des sous-grains (caractérisée par EBSD) est de $\sim 1\mu\text{m}$ à l'état déformé et après recuit.

En revanche, les microstructures des grains Laiton et S dans les polycristaux déformés à $\varepsilon=2,3$ diffèrent de celles observées dans les monocristaux Laiton et S déformés au même taux de déformation (cf. IV.2). Il semblerait que la microstructure des textures de la fibre β soient plutôt homogènes dans les polycristaux, sans dispersion d'orientation importante. Si il n'y a pas de gradient d'orientation important, le mécanisme de restauration serait semblable au type « L » de restauration caractérisé au Chapitre § V. Ceci expliquerait pourquoi nous ne pouvons pas visualiser de grossissement de la taille des sous-grains par la technique EBSD. Comparativement, dans les monocristaux S déformés à $\varepsilon=2,3$, la structure des microbandes est très éclatée ; ce qui conduit à une croissance importante de la sous-structure au début des recuits à 264°C et 322°C (cf. Chapitre § V).

2. FRAGMENTS CUBE INTRAGRANULAIRES

Le premier type de fragments Cube observé dans les microstructures en grande déformation est le type intragranulaire, sous la forme de bandes de « cisaillement localisé ». Ils consistent en des fragments / bandes de Cube inclinés de $10-15^\circ$ par rapport à DL contenus dans une matrice hétérogène, comme dans la zone (2) de la Figure VI-2a. De tels grains Cube sont aussi présents dans le grain déformé de la Figure VI-3a. Les orientations des sous-grains sont très dispersées ; l'axe de désorientation semble être plutôt proche de DT d'après les figures de pôles $\{111\}$.

Après un recuit de 30min à 275°C (Figure VI-3b), des grains recristallisés Cube et non Cube sont apparus. Ces grains Cube recristallisés se sont développés exactement dans les zones contenant des fragments Cube à l'état déformé. Cependant, tous les grains recristallisés ont à peu près la même taille ; ce qui implique que les grains Cube ne présentent pas un avantage de croissance par rapport aux autres grains environnants. L'interaction entre les grains recristallisés ralentit peut-être la croissance des grains. Avec de telles observations, il n'est cependant pas évident de faire la distinction entre la germination de la recristallisation et la restauration « étendue ». En effet, la texture globale est conservée et la microstructure restaurée/recristallisée conserve une mémoire de la microstructure déformée. Cela ressemble aux observations effectuées dans les monocristaux Goss restaurés.

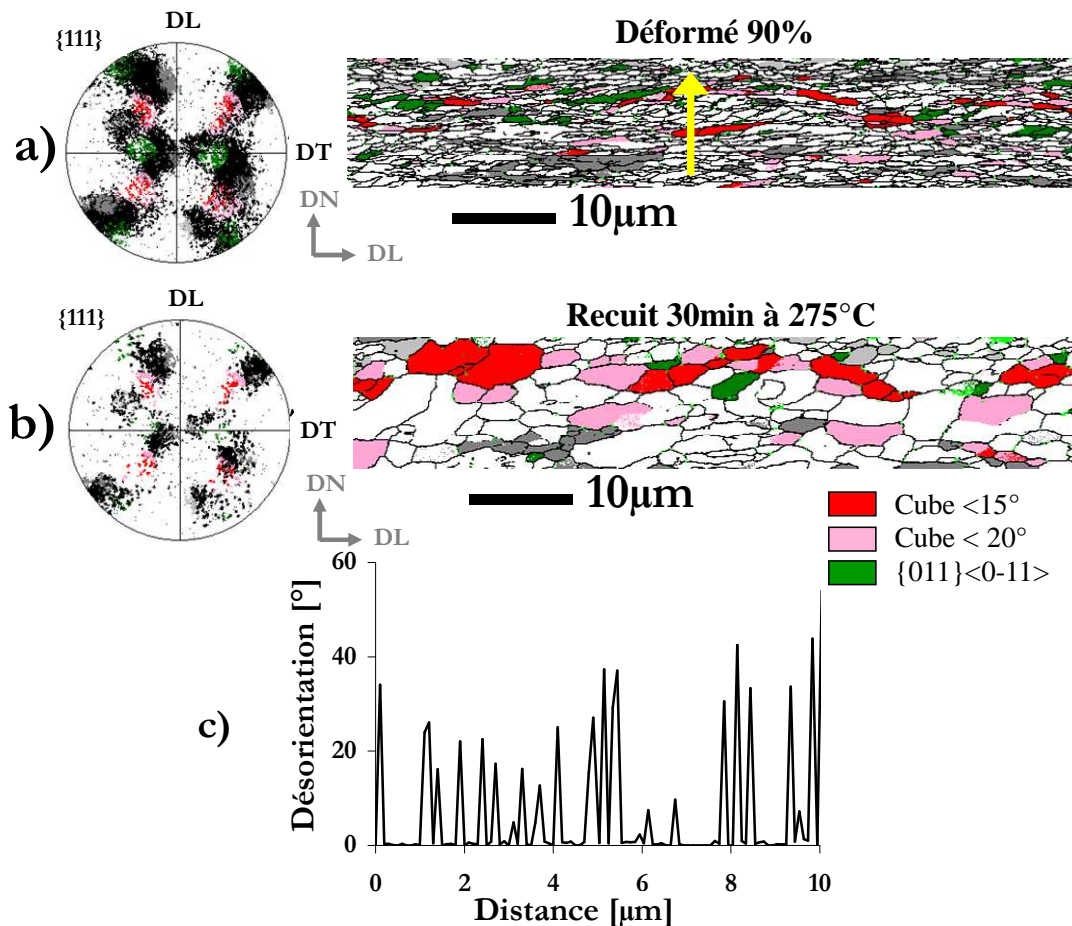


Figure VI-3 : Grains Cube intragranulaires (Rouge) dans le polycristal déformé (a). En (b), la même zone après un recuit de 30min à 275°C. Le profil de désorientation (c) correspond à la flèche dans (a).

Une étude récente (collaboration à l'EMSE avec S. Raveendra de l'IIT-Bombay) a été réalisée à l'aide de la technique de l'échantillon tranché en *channel-die* [Quey et al. 2010] afin d'analyser l'évolution des grains Cube au cours de la déformation et après un léger recuit.

Pour cela, un échantillon d'aluminium commercial AA1200 (0,22m%Si et 0,48m%Fe), avec une taille de grain de 600μm, a été utilisé. Il possède une forte texture Cube (~20%) mais une faible texture de laminage. Les analyses des cartographies EBSD sont présentées dans la Figure VI-4. En (a) est illustrée la microstructure de la zone analysée avant déformation (cartographie avec un pas de 3μm). La même zone après une déformation de $\epsilon=1,6$ est illustrée en (b) (pas de 1,2μm). Nous pouvons alors observer que la texture Cube a largement diminué. En analysant plus précisément l'évolution des grains Cube « 1 » et « 2 », des fragments Cube sont observés dans les grains déformés. Les figures de pôles {111} illustrées en (d) et en (e) montrent que ces grains Cube déformés sont entourés de matrices semblables à celles présentées dans la Figure VI-3, pour les grains Cube intragranulaires. Après un recuit de 30min à 350°C (Figure VI-4c), la structure est quasiment recristallisée en intégralité, sauf dans les grains Laiton déformés (teintes bleues). En revanche, les grains Cube recristallisés

ont une taille très similaire aux autres grains recristallisés non Cube. Deux hypothèses sont alors à envisager :

- soit une restauration étendue, conservant une mémoire de la microstructure déformée. Les grains déformés possèdent une importante dispersion d'orientation, qui favoriserait la cinétique de restauration d'après les résultats du Chapitre § V.
- soit l'effet *PSN* (*particle stimulated nucleation*) qui aurait favorisé la recristallisation.

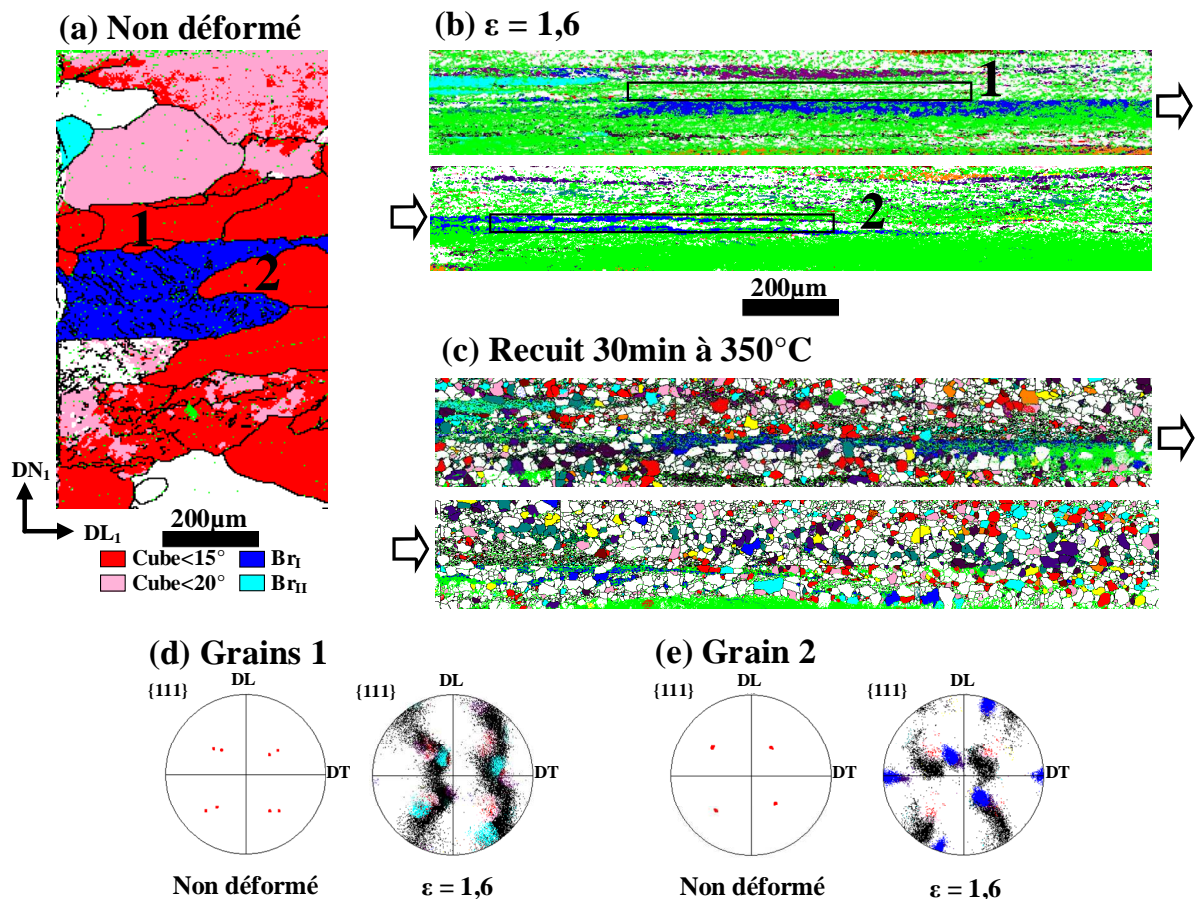


Figure VI-4 : Evolution de la microstructure d'un alliage industriel AA-1200 par la technique de l'échantillon tranché : a) avant déformation (pas de 3µm), b) après une déformation de $\epsilon=1,6$ (pas de 1,2µm) et en c) la même zone après un recuit de 30min à 350°C. Les figures de pôles (d) et (e) indiquent l'évolution des grains Cube n°1 et n°2. Les pixels non indexés sont en vert.

3. FRAGMENTS CUBE INTERGRANULAIRES

3.1. Mise en évidence dans l'état déformé

En général, les grains Cube intergranulaires sont situés entre deux composantes de la fibre β , essentiellement entre des grains S et/ou Cu. Ces fragments Cube sont quasiment horizontaux et ont une épaisseur et une longueur d'environ 1-2µm et 5-10µm respectivement.

La Figure VI-5 (section DT-DN) et les Figure VI-6a et Figure VI-7a (sections DL-DN) montrent quelques exemples de ces segments Cube de transition. Les profils de désorientation autour des grains Cube indiquent des changements d'orientation très abrupts aux interfaces grains Cube / voisinage (plus de 15° sur $0,1\mu\text{m}$). Ces observations montrent également que les microstructures de part et d'autre des segments Cube sont d'un côté homogènes (S-Cu) et de l'autre plus hétérogènes (Rd-S-Cu). En observant les figures de pôles $\{111\}$, la dispersion de la texture Rd apparaît comme provenant de la matrice hétérogène et s'orientant vers l'orientation Cube, par une rotation autour d'un axe $\langle 111 \rangle$. Les grains Cube ont ainsi un axe $\langle 111 \rangle$ commun avec chaque grain voisin. Ceci rappelle les hétérogénéités de déformation (s'orientant vers Cube) observées dans les monocristaux S déformés (voir § IV.2.4).

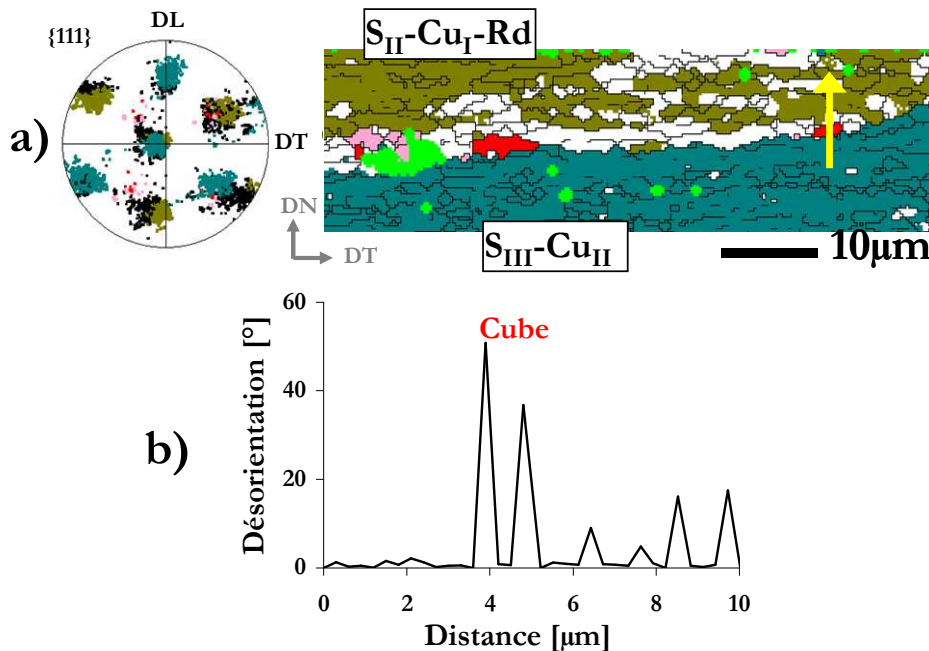


Figure VI-5 : Cube intergranulaire proche de l'interface entre deux grains de la fibre β sur la section transverse (a). En (b), profil de désorientation correspondant à la flèche.

Néanmoins, la probabilité de trouver des fragments Cube intergranulaires est assez faible dans les microstructures que nous avons étudiées. Ce phénomène n'est pas systématique à chaque joint de grains. De plus, la taille de grains initiale étant très élevée ($260\mu\text{m}$), il n'existe donc qu'un nombre limité de joints de grains après une grande déformation. Pour cette raison, nous n'avons pas pu quantifier la présence des fragments Cube intergranulaires.

3.2. Corrélation état déformé/recuit

Dans la Figure VI-2b, de larges grains Cube recristallisés de dimension supérieure à $10\mu\text{m}$ sont observés. Tous ces larges grains sont apparus exactement dans les domaines où de tels

grains Cube de « transition » existaient. Les grains recrystallisés sont allongés et croissent dans les deux grains voisins préférentiellement selon la direction DL. Il est clair que nous ne pouvons pas prouver rigoureusement que les fragments Cube observés sont effectivement les germes des grains recrystallisés. Ces derniers pourraient aussi provenir du volume sous la surface d'analyse. Cependant, tous les grains Cube recrystallisés sont situés dans des domaines où pré-existaient des hétérogénéités Cube dans l'état déformé. De la sorte, le problème de la « perte de preuves » a pu être écarté.

De plus, le grain qui a eu une croissance bien supérieure aux autres après un recuit à 300°C a une relation d'orientation à 15° près de 40°/⟨111⟩ avec les matrices environnantes (Figure VI-6). En revanche, tous les fragments Cube ne conduisent pas nécessairement à des grains recrystallisés Cube comme le montre la Figure VI-7.

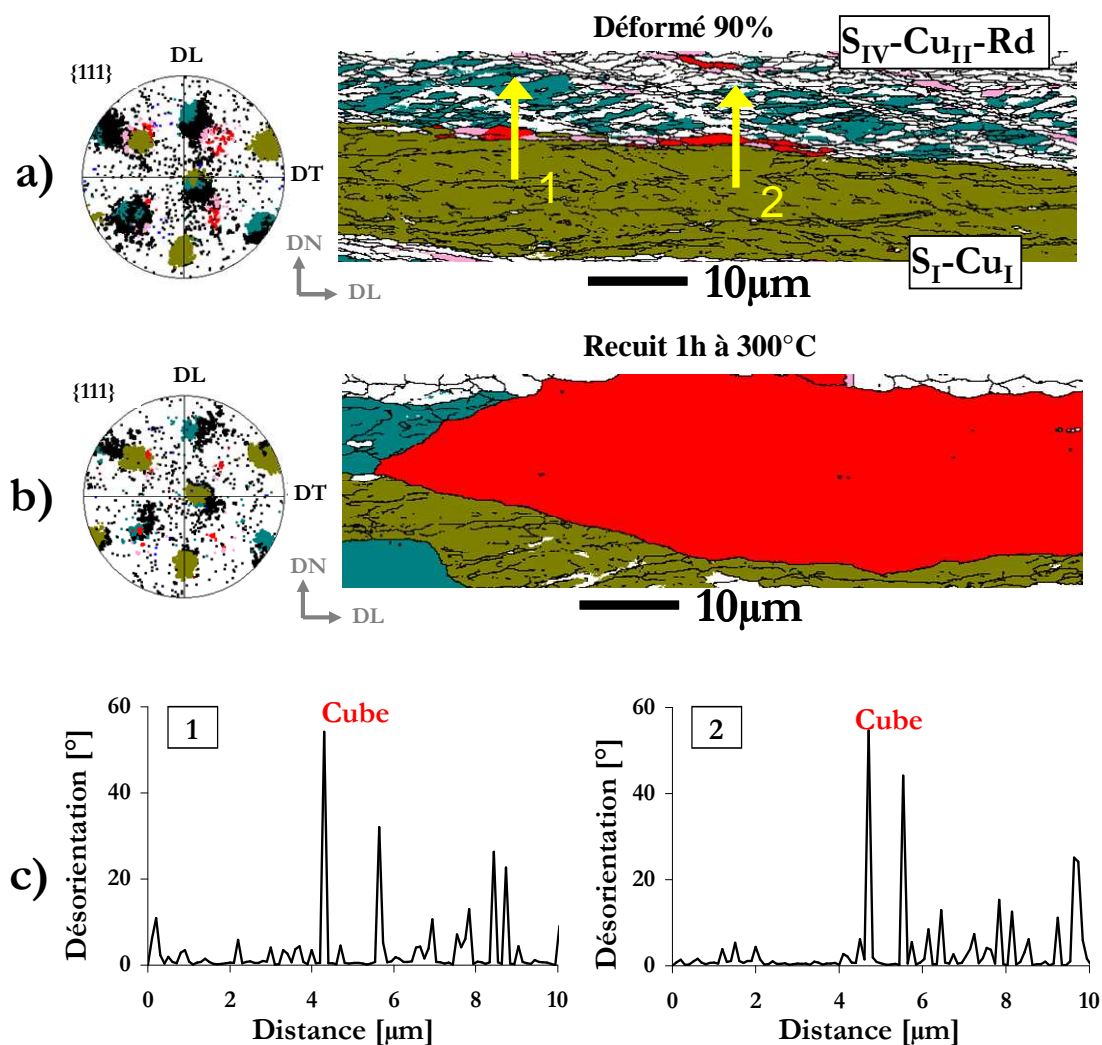


Figure VI-6 : Grains Cube intergranulaires (Rouge) dans le polycristal déformé (a). En (b), la même zone après un recuit de 1h à 300°C. Les profils de désorientation (c) correspondent aux flèches dans (a).

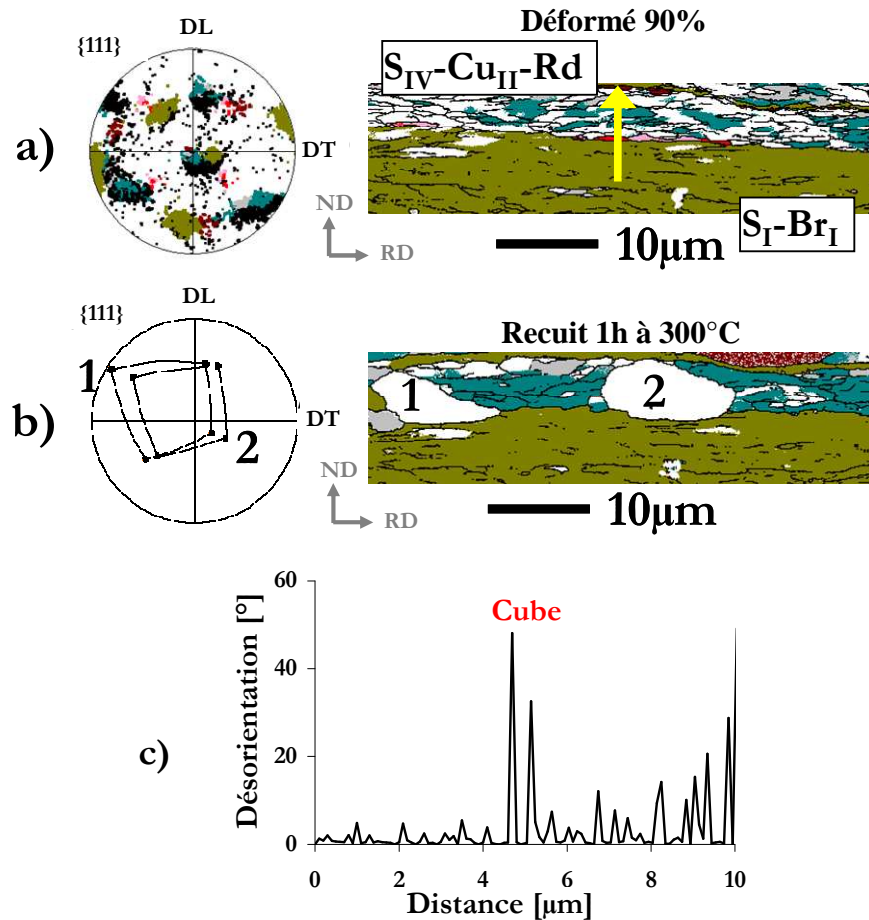


Figure VI-7 : Grains Cube intergranulaires (Rouge) dans le polycristal déformé (a). En (b), des grains recrystallisés (Rd) ont germé après un recuit de 1h à 300°C. Le profil de désorientation (c) correspond à la flèche dans (a).

Après un recuit à 275°C, un seul grain Cube recrystallisé a été observé (Figure VI-8). Malheureusement, pour la première cartographie de l'état déformé (étant réalisée en « aveugle »), nous avons manqué la partie la plus intéressante de l'état déformé, c'est-à-dire la microstructure à partir de laquelle le grain recrystallisé a germé. Néanmoins, du fait qu'il existe des hétérogénéités (bandes blanches) près du joint de grains, il n'est pas impossible que des fragments d'orientation proches de Cube aient pu se développer à partir de ces hétérogénéités. Ils auraient alors pu être des germes pour le grain recrystallisé. Dans tous les cas, le grain recrystallisé proche de Cube ($\delta\theta < 20^\circ$) a une relation d'orientation à 15° près de $40^\circ / \langle 111 \rangle$ avec les matrices environnantes $S_{III}-Cu_{II}$ et $S_{II}-Cu_{II}$. Sa croissance a été très rapide après 30 minutes de recuit, mais elle devient beaucoup plus faible après des recuits plus prolongés (1h et 2h). Le grain recrystallisé s'est développé sur les hétérogénéités de déformation. Cependant, deux nouveaux grains recrystallisés ont germé à partir des hétérogénéités après 2h de recuit ; ce qui pourrait gêner la croissance du grain Cube recrystallisé.

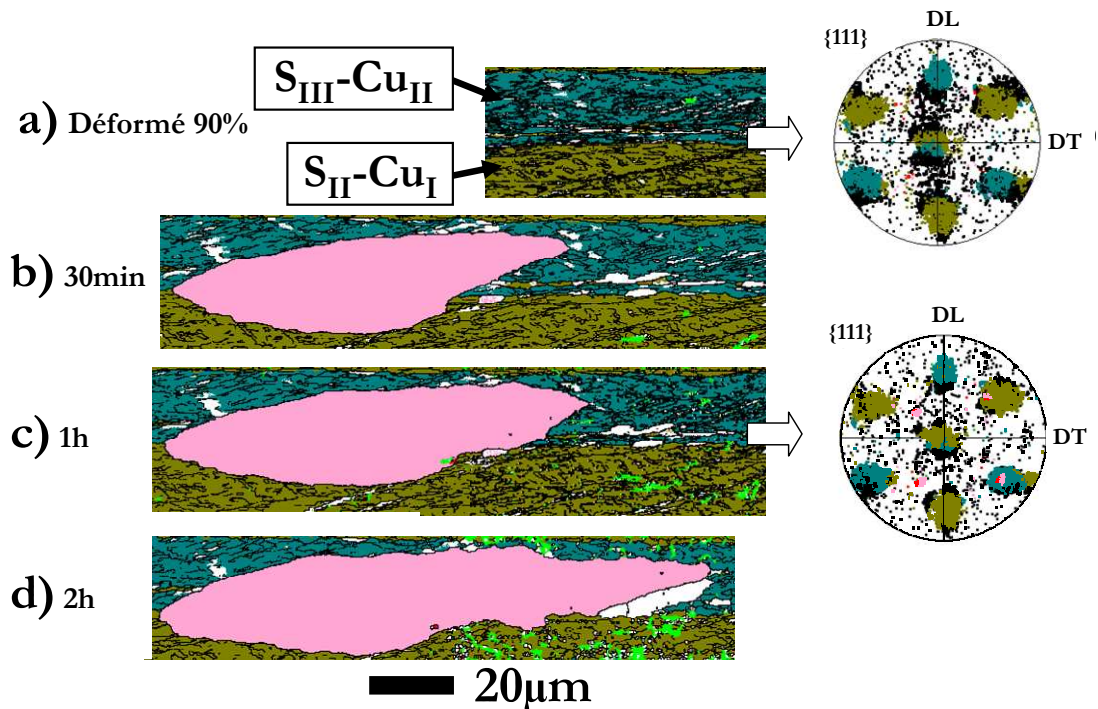


Figure VI-8 : Croissance d'un grain d'orientation proche de Cube (rose) recristallisé à l'interface entre deux grains au cours de recuits ex-situ à 275°C. La cartographie de l'état déformé (a) est incomplète.

4. DISCUSSION

Ces deux types de fragments Cube n'avaient pas encore été reportés de façon explicite dans la littérature dans des polycristaux fortement déformés. Ceci a été rendu possible grâce aux avancées technologiques du MEB-FEG qui permettent d'étudier les microstructures sur de larges aires avec une précision suffisante (pas de 0,1μm) pour observer des cristallites micrométriques. Ils apparaissent être les plus importants sites de germination de la recrystallisation. Les grains Cube intragranulaires pourraient provenir de grains initialement orientés Cube ou proches de Cube. La question de la formation des segments intergranulaires reste cependant toujours ouverte. Des hétérogénéités de déformation pourraient se former aux très grandes déformations ($\epsilon > 2,3$) dans les grains de la fibre β aux alentours des joints de grains, afin d'accommoder la déformation. Ceci est en contraste avec l'interprétation de [Zaefferer et al. 2001] qui ont également observé des bandes Cube similaires dans des alliages Fe-36%Ni déformés en compression plane. Elles seraient des sites de germination préférentiels pour les microstructures très déformées ($\epsilon > 1,6$). En revanche, les auteurs ont conclu que ces bandes Cube ne pourraient provenir que de grains initialement Cube ou proche de Cube avant déformation.

4.1. Grains Cube intergranulaires : Efficacité de la germination

Seuls les grains Cube intergranulaires développent une germination rapide de grains de dimension supérieure à 10 μ m. En particulier, les grains qui croissent le plus rapidement ont une relation d'orientation proche de 40°/ <111> avec les matrices environnantes. Les segments/bandes Cube « intragranulaires » ne possèdent pas une croissance avantagée par rapport aux autres grains environnants. Il se développe alors un mélange de grains recristallisés Cube et non Cube. L'efficacité de la germination peut être estimée en comparant la densité de grains Cube avant et après le recuit en fonction de son environnement local. Pour le recuit ex-situ à 300°C, une efficacité d'environ 20% est trouvée pour les grains Cube intragranulaires et à peu près 40% pour les segments intergranulaires (150 grains Cube analysés). La plus grande efficacité des segments Cube intergranulaires est certainement due aux grandes désorientations locales avec la matrice environnante. La relation d'orientation de 15° autour de 40°/ <111> favorise la croissance des grains seulement dans les premiers temps de la recristallisation.

D'après nos observations, les orientations des matrices déformées autour des fragments Cube intergranulaires ne sont pas symétriques ; ce qui est en opposition avec le modèle de [Dillamore et Katoh, 1974]. Des grains Cube semblent provenir d'hétérogénéité dans les matrices déformées S/Cu en grande déformation ($\epsilon > 2,3$), par une rotation autour d'un axe <111>, comme illustré dans la Figure IV-11 pour un monocristal S et dans les Figures VI-4, VI-5 et VI-6 dans un polycristal à proximité d'un joint de grain. Ceci confirmerait alors les travaux de [Kamiyo et al. 1992] qui ont mis en évidence la formation d'une texture Cube de recristallisation dans des monocristaux S très fortement déformés. Les joints de grains entre deux composantes de la fibre β favoriseraient alors le développement d'hétérogénéités locales afin d'accommoder la déformation croissante. Ceci pourrait suggérer qu'à de très grandes déformations ($\epsilon > 2,3$) des grains Cube intergranulaires pourraient émerger de façon exceptionnelle à partir d'hétérogénéités de déformation aux interfaces entre deux grains, et ce plus particulièrement entre deux composés de la fibre β . Ces observations vont également dans le sens des travaux de [Theyssier et Driver 1999], qui ont observé la formation de quelques grains Cube près de l'interface d'un bicristal Laiton/S. De ce fait, plus il y a de joints de grain dans le matériau très déformé (i.e. faible taille de grains initiale), plus la probabilité de former des hétérogénéités Cube augmente. Ceci confirmerait alors les observations de [Mishin et Gottstein 1998].

4.2. Stabilité thermodynamique

Un bilan de stabilité thermodynamique a été effectué pour les fragments Cube intergranulaires. Si la pression exercée par la courbure du grain P_{int} est supérieure à la pression favorisant la croissance P_{ext} , le grain est alors instable et peut disparaître. Pour le calcul, le fragment Cube présenté dans la Figure VI-9 est considéré.

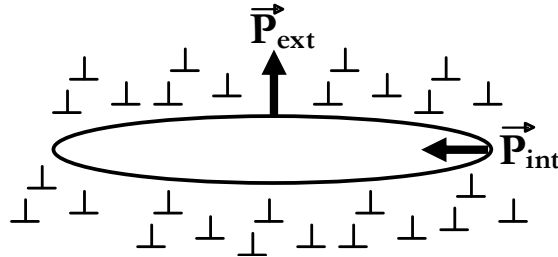


Figure VI-9 : Stabilité d'un fragment Cube dans une matrice déformée.

- La pression P_{ext} exercée sur le joint tend à diminuer l'énergie stockée liée à la forte densité de dislocations autour du fragment.

$$P_{\text{ext}} = \Delta G = G_{\text{Cube}} - G_{\text{ext}} \quad (34)$$

G_{Cube} : énergie libre par unité de volume à l'intérieur du fragment Cube

G_{ext} : énergie libre par unité de volume dans le voisinage du fragment

L'énergie stockée dans le matériau est liée à la densité de dislocations (d'après l'équation (1) du § II.2.1.1.). Cette dernière est une bonne approximation de l'énergie libre par unité de volume qui peut alors être approchée par l'équation $G \approx \rho \cdot (0,5 \cdot \mu b^2)$, avec $\mu = 26 \text{ GPa}$ et $b = 2,86 \cdot 10^{-10} \text{ m}$.

Il est généralement relaté que l'orientation Cube restaure plus rapidement que les autres orientations [Ridha et Hutchinson 1982]. On peut alors faire l'hypothèse que la densité de dislocations au cœur du fragment Cube à 300°C est quasiment nulle, soit $G_{\text{Cube}} \approx 0$.

Les quantités de dislocations de la matrice autour du fragment Cube peuvent être évaluées grâce aux densités de dislocations mesurées dans les monocristaux Laiton et Goss par la méthode des profils de pics de DRX (voir § 5.3.3.). Nous considérons alors deux hypothèses :

- 1) La germination a lieu instantanément une fois que le matériau est chauffé. Dans ce cas, la densité de dislocations de l'état déformé est considérée ($\sim 20 \cdot 10^{13} \text{ m}^{-2}$), soit une pression $P_{\text{ext}} \approx 2 \cdot 10^5 \text{ Pa}$.
- 2) La microstructure a déjà amorcée la restauration et les dislocations libres sont annihilées quand la germination apparaît. La densité de dislocation serait alors proche de $5 \cdot 10^{13} \text{ m}^{-2}$, soit une pression $P_{\text{ext}} \approx 5 \cdot 10^4 \text{ Pa}$.

- La pression P_{int} s'exerce vers l'intérieur du grain et est liée à sa courbure selon l'équation suivante :

$$P_{\text{int}} = \frac{2\gamma}{r} \quad (35)$$

Les fragments Cube observés ont une épaisseur moyenne de $1\mu\text{m}$, soit un rayon de courbure aux extrémités de $r \approx 0,5\mu\text{m}$. Une valeur approchée de l'énergie d'un joint de grain dans l'aluminium est $\gamma(\text{Al}) = 0,324\text{J/m}^2$. La pression P_{int} est alors calculée, soit :

$$P_{\text{int}} \approx 2.10^6 \text{Pa}$$

- En conclusion, pour les densités de dislocations moyennes, les fragments Cube sont plutôt instables car la pression P_{int} est supérieure à la pression P_{ext} pour les deux hypothèses. La germination nécessite des densités de dislocation localement élevées dans des hétérogénéités. Si germination il y a, une germination instantanée serait alors favorisée.

5. CONCLUSION

Grâce à la méthode des recuits ex-situ, l'évolution microstructurale au cours de recuits à 275°C et 300°C a été caractérisée par EBSD pour un polycristal Al-0,1%Mn déformé à $\varepsilon=2,3$. Cette méthode a permis de mettre en évidence deux principaux types de fragments Cube dans l'état déformé, que nous avons pu relier à deux comportements différents au cours des recuits. De plus, aucun changement microstructural n'a été observé au sein des composantes typiques de texture (S, Cuivre et Laiton).

Les grains Cube transgranulaires n'ont pas une croissance avantagée par rapport aux autres grains des matrices environnantes. Ils sont généralement situés au sein d'une matrice très fortement dispersée autour de l'axe DT. Le mécanisme d'adoucissement ressemble à celui de la restauration étendue. La texture finale après recuit conserve la mémoire de la texture déformée (large dispersion d'orientation).

Seul les fragments Cube intergranulaires permettent le développement rapide de grains Cube recristallisés. Ils apparaissent principalement entre deux composantes de la fibre β (grains S ou Cu). La croissance des germes semble être contrôlée par l'environnement local.

Par ailleurs, la technique des échantillons tranchés est une technique prometteuse pour étudier l'évolution des microstructures de déformation dans les polycristaux, afin de les relier aux sites de germination préférentiels.

VII CONCLUSION GENERALE ET PERSPECTIVES

Ce travail est consacré à l'étude de l'influence de l'orientation cristalline sur les microstructures de déformation et l'adoucissement d'alliages Al-Mn.

Nous avons apporté une contribution expérimentale avec une analyse systématique des microstructures pour tenter de répondre aux nombreuses interrogations qui existent sur cette problématique. La revue bibliographique a permis de présenter les limites de la compréhension des évolutions microstructurales. Aux petites et moyennes déformations, il existe une controverse sur la nature des microbandes de déformation dans les alliages d'aluminium. La théorie LEDS développée par Kuhlmann-Wilsdorf n'explique pas le passage d'une microstructure à une autre au cours de la déformation. Cependant, la compréhension de la genèse des microstructures est primordiale pour pouvoir comprendre les phénomènes de la restauration. Qui plus est, nous avons pu noter le manque crucial de données expérimentales sur les transformations microstructurales qui s'opèrent au cours de l'adoucissement des alliages. D'une part, il est difficile de caractériser expérimentalement la restauration et d'autre part, l'origine des germes de recristallisation reste encore un sujet de débat.

Pour mener à bien ce travail, nous avons principalement caractérisé des alliages modèles Al-0,1%Mn déformés en compression plane (*Channel-Die*) à froid. L'influence de l'orientation cristalline a été étudiée à l'aide de monocristaux d'orientation Laiton, Goss et S. Les microstructures ont été essentiellement analysées avec grande précision grâce à la technique EBSD couplée à un MEB-FEG. Les cartographies ont été réalisées avec un pas de 0,1µm. Ce pas est tout à fait approprié pour l'étude des microstructures fines de déformation des alliages modèles Al-Mn. Afin d'augmenter les contrastes microstructuraux, nous avons élaboré des cartographies EBSD spécifiques à partir des données cristallographiques, représentant les axes de désorientation et les vecteurs de Rodrigues. Nous avons alors pu révéler les structures en microbandes des monocristaux de petites et moyennes déformations, alors qu'elles sont difficilement analysables avec les cartographies EBSD classiques.

Dans un premier temps, nous avons étudié l'influence de l'orientation cristalline sur l'évolution des microbandes au cours de la déformation. Pour cela, une analyse systématique de la structure des microbandes a été réalisée sur les monocristaux Al-0,1%Mn d'orientation Laiton, Goss et S déformés selon quatre taux de déformation ($\epsilon = 0,15 ; 0,5 ; 1,4$ et $2,3$). Parallèlement, une étude systématique des monocristaux de composition Al99,99%, Al0,1%Mn et Al0,3%Mn a servi à caractériser l'influence du taux de soluté sur la nature des microbandes.

Nous avons montré que les éléments de la controverse, à savoir un alignement préférentiel des parois des microbandes sur les PCM ou sur les SGA, ne sont pas contradictoires. Nous avons proposé un mécanisme de transformation des microstructures valable pour les trois monocristaux. Aux petites déformations (Stade II d'écrouissage), nous avons montré que les microbandes s'alignent principalement sur les PCM, indépendamment de l'orientation cristalline. En revanche, l'orientation cristalline et notamment la nature des SGA associés sont ensuite responsables de l'arrangement microstructural pour des déformations plus importantes (à partir du stade III). Au stade III d'écrouissage, les parois des microbandes sont alors plutôt inclinées selon les SGA (structure symétrique pour les orientation Laiton et Goss de type « échiquier » et non symétrique pour l'orientation S sur la section DL-DN). Aux grandes déformations (fin du stade III et stade IV), une structure lamellaire apparaît.

L'orientation cristalline a un rôle prépondérant sur la formation des microstructures de moyennes et grandes déformations. Nous avons pu confirmer la stabilité de l'orientation Laiton jusqu'à des grandes déformations ($\epsilon = 2,3$). Les microstructures conservent de faibles gradients d'orientation. En revanche, les microstructures de grande déformation des monocristaux Goss et S se transforment, engendrant de larges gradients d'orientation. Alors que les calculs de plasticité cristalline prévoient la stabilité de l'orientation Goss, nous avons pu établir que l'orientation tourne vers les deux composantes de l'orientation Laiton, engendrant ainsi un empilement de bandes alternativement désorientées autour de la direction normale.

Nous avons ensuite analysé l'influence de l'orientation cristalline sur les mécanismes de la restauration pour ces mêmes monocristaux Al-0,1%Mn déformés à $\epsilon = 2,3$. Grâce à l'étude systématique des microstructures de déformation, la compréhension de la genèse des microstructures nous a permis de caractériser quelques paramètres importants qui contrôlent la restauration. Sachant qu'il a été reporté dans la littérature que les évolutions microstructurales de la restauration sont difficilement quantifiables, nous avons alors réalisé

trois analyses complémentaires que sont la microdureté Vickers, l'EBSID et les mesures de l'élargissement des profils des pics de DRX. Cette dernière méthode est apparue particulièrement adaptée pour évaluer l'évolution de la densité de dislocations et de l'arrangement des dislocations.

Nous avons alors très clairement établi deux cinétiques de restauration grâce aux mesures de microdureté ; l'une plutôt lente pour les monocristaux Laiton et l'autre plutôt rapide pour les monocristaux Goss et S. Pour ces derniers, la cinétique de restauration est semblable, alors que les microstructures et l'écrouissage sont très différents à l'état déformé. En revanche, seuls les gradients d'orientation dans les microstructures déformées et restaurées sont similaires.

Grâce aux mesures de DRX, nous avons alors pu proposer un mécanisme différencié de la restauration pour les monocristaux Laiton et Goss. La principale différence proviendrait de l'arrangement des dislocations et des gradients d'orientation dans les microstructures déformées. Cela ne procurerait alors pas la même force motrice pour la restauration, alors que les densités de dislocations estimées par DRX sont similaires. La restauration s'opèrerait alors plutôt par coalescence pour les monocristaux Laiton et par migration des sous-joints pour les monocristaux Goss.

Enfin, nous avons analysé l'adoucissement dans les polycristaux d'Al-0,1%Mn déformés à $\epsilon = 2,3$ par une méthode de recuits ex-situ à 275°C et à 300°C. Des observations EBSD sont réalisées exactement sur la même aire d'analyse avant et après recuit pour corréler directement les sous-structures locales de déformations avec la germination de la recristallisation.

Dans l'état déformé, la texture est dominée par les textures typiques de laminage. Les grains de la fibre β (Laiton, S et Cuivre) sont plutôt homogènes et nous n'avons pas observé de changements microstructuraux au cours des recuits.

Par ailleurs, deux types de segments/bandes d'orientation Cube ont été observés dans l'état déformé : i) de fins segments Cube « intergranulaires » alignés selon la direction DL, généralement entre des grains S et Cu ; et ii) des bandes Cube transgranulaires situées dans des grains particuliers. Seuls les grains Cube intergranulaires conduisent à une germination rapide avec des grains Cube de dimension supérieure à 10 μ m. En particulier, le grain Cube qui a la plus forte croissance est un grain qui a à peu près une relation de 40° autour d'un axe $\langle 111 \rangle$ avec son entourage.

Les perspectives de ce travail sont nombreuses. Etant donné que ce travail est essentiellement expérimental, des analyses complémentaires sont nécessaires pour pouvoir intégrer ces résultats dans des modèles d'écrouissage ou des modèles d'adoucissement.

Nous avons pu mettre en évidence des transformations microstructurales opérant aux différents stades d'écrouissage. Une étude plus quantitative serait alors nécessaire pour modéliser l'écrouissage et les microstructures résultantes, pour incorporer nos résultats à des modèles, comme ceux développés par exemple par [Pantleon 2004]. Ceci montre le nécessaire dialogue entre la partie expérimentale et la modélisation. De même, il serait intéressant d'approfondir l'étude de l'instabilité de l'orientation Goss en grande déformation alors que les calculs de plasticité cristalline prévoient sa stabilité. Avec les récents progrès technologiques de la technique EBSD à haute résolution angulaire (2.10^{-4} rad), il serait maintenant possible de caractériser les faibles gradients d'orientation au sein des microstructures peu déformées.

Il apparaît également essentiel d'étudier plus précisément les microstructures des polycristaux en grande déformation. Nous avons en effet pu mettre en évidence des hétérogénéités de déformation à proximité des joints de grain, avec notamment des grains Cube intergranulaires qui semblent être les germes potentiels les plus actifs de la recristallisation. La compréhension de leur formation est nécessaire pour tenter de modéliser la germination de la recristallisation. La technique de l'échantillon tranché, développée par [Quey 2009], pourrait alors être exploitée plus systématiquement.

De même, l'étude de la restauration a établi une influence de l'orientation cristalline sur la cinétique de restauration. Cette influence semble dépendre plus particulièrement de l'arrangement des dislocations et des gradients d'orientation différents. Il serait alors utile de caractériser d'autres microstructures déformées pour avoir des paramètres différents en terme de densité de dislocation et de gradients d'orientation afin de quantifier les contributions de ces paramètres en vue de la modélisation de l'adoucissement. Ceci fait l'objet de la thèse en cours de A. Majumdar à l'EMSE.

ANNEXES

Annexe A

Energie des dislocations

La Figure A-1 schématise les dislocations vis et coin idéales, qui se déplacent respectivement perpendiculairement et parallèlement au vecteur de Burgers. Les distorsions élastiques alors engendrées sont modélisées par un cylindre de rayon R (rayon maximal de perturbation du cristal). Dans le cœur de la dislocation ($r < r_0$), le modèle d'élasticité linéaire n'est plus valide (déformations très élevées). Rappelé par [Hull et Bacon 1984], r_0 équivaut à 1 à 4 vecteurs de Burgers et R équivaut à la moitié de la distance séparant deux dislocations pour des matériaux contenant une grande quantité de dislocations.

Les énergies élastiques par unité de longueur des dislocations vis, coin ou mixtes peuvent alors être modélisées selon les équations (A1), (A2) et (A3) respectivement ; μ étant le module de cisaillement, b le vecteur de Burgers et ν le coefficient de Poisson.

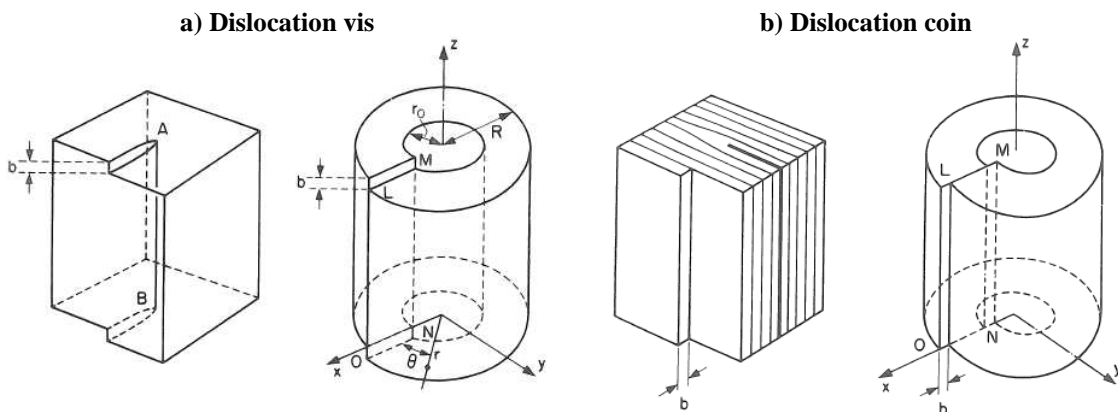


Figure A-1 : Schémas de a) dislocation vis et b) dislocation coin. Une modélisation de la distorsion élastique par un cylindre produite par les dislocations est présentée. [Hull et Bacon 1984]

$$E_{\text{élastique}}(\text{vis}) = \frac{\mu b^2}{4\pi} \ln\left(\frac{R}{r_0}\right) \quad (\text{A1})$$

$$E_{\text{élastique}}(\text{coin}) = \frac{\mu b^2}{4\pi(1-\nu)} \ln\left(\frac{R}{r_0}\right) \quad (\text{A2})$$

$$E_{\text{élastique}}(\text{mixte}) = \alpha \mu b^2 \quad \text{avec } \alpha \approx 0,2 - 0,5 \quad (\text{A3})$$

Annexe B

Description des orientations cristallines et des textures

Avant toute description des orientations cristallines, il convient de se référer à la Figure III.1. qui décrit les repères orthonormés directs \mathcal{R}_C (repère du cristal) et \mathcal{R}_L (repère de laminage). Plusieurs notations existent comme la matrice de rotation g , les indices de Miller ou encore les angles d'Euler. Il est très utile d'utiliser l'espace des quaternions pour passer d'une notation à une autre. Pour cela, je conseille vivement l'utilisation de la librairie d'orientation Orilib [Quey 2007] qui permet de nombreux calculs d'orientation d'une façon très rigoureuse. Pour une analyse plus approfondie, le cours de [Maurice 2007] et l'ouvrage de [Randle et Engler 2000] sont également vivement conseillés.

B.1. Matrice de rotation g

Une orientation cristalline peut être caractérisé par la matrice (3x3) de rotation g qui exprime le passage de \mathcal{R}_L à \mathcal{R}_C .

$$\begin{pmatrix} X_L \\ Y_L \\ Z_L \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} g_{11} & g_{12} & g_{13} \\ g_{21} & g_{22} & g_{23} \\ g_{31} & g_{32} & g_{33} \end{pmatrix} \cdot \begin{pmatrix} X_c \\ Y_c \\ Z_c \end{pmatrix}$$

(X_L, Y_L, Z_L) et (X_C, Y_C, Z_C) sont les vecteurs unitaires orthonormés des repères \mathcal{R}_L et \mathcal{R}_C respectivement.

B.2. Indices de Miller {hkl}<uvw>

Les indices de Miller sont fréquemment utilisés pour décrire des orientations cristallographiques idéales, comme l'orientation Laiton {110}<112>. Les indices sont des nombres entiers, premiers entre eux. Ainsi, le plan {hkl} correspond au plan de compression (la direction <hkl> est donc normale au plan de compression) et la direction <uvw> coïncide avec la direction de laminage. La matrice de rotation g permet également d'identifier les indices de Miller, telle que :

$$[g] = \begin{pmatrix} u/n & (kw-lv)/mn & h/m \\ v/n & (lu-hw)/mn & k/m \\ w/n & (hv-ku)/mn & l/m \end{pmatrix} \quad \text{avec} \quad \begin{cases} m = \sqrt{h^2 + k^2 + l^2} \\ n = \sqrt{u^2 + v^2 + w^2} \end{cases}$$

B.3. Angles d'Euler (ϕ_1 , Φ , ϕ_2) – Convention de Bunge (1965)

L'orientation cristalline peut être également décrite par une rotation de \mathcal{R}_L vers \mathcal{R}_C , décomposée en trois rotations successives autour d'axes principaux, dont les trois angles associés sont les angles d'Euler (ϕ_1 , Φ , ϕ_2). La convention de Bunge (1965) est généralement adoptée, dont la définition des angles et des axes de rotation est présentée dans le tableau A.1. Les angles d'Euler sont définis dans les intervalles suivants :

$$\phi_1 \in [0, 360^\circ] ; \Phi \in [0, 180^\circ] \text{ et } \phi_2 \in [0, 360^\circ] .$$

Tableau B-1. Convention de Bunge (1965) pour les trois rotations successives (X,Y et Y' sont les axes intermédiaires au cours des rotations successives).

Repère initial	Axe de rotation	Angle de rotation	Repère final
(DL,DT,DN)	DN	ϕ_1	(X,Y,DN)
(X,Y,DN)	X	Φ	(X,Y',[001])
(X,Y',[001])	[001]	ϕ_2	([100],[010],[001])

Une même orientation cristalline peut être décrite par plusieurs triplets d'angle. Aussi, il existe une dégénérescence de l'espace des angles d'Euler en $\Phi = 0^\circ$ et $\Phi = 180^\circ$. Dans les deux cas, par convention, l'angle ϕ_2 est alors choisi égal à 0.

Cette description a deux inconvénients notoires. En effet, elle n'est pas associée à aucun sens physique concret et les calculs de rotation dans l'espace des angles d'Euler sont souvent sources d'erreur.

B.4. Quaternion $Q(\theta, \underline{r})$

Les quaternions sont semblables aux nombres complexes définis dans un espace de dimension 2. Ils sont avant tout très utiles pour le calcul de rotation dans un espace

tridimensionnel (comme peuvent l'être les nombres complexes pour les rotations dans un plan).

Les quaternions sont des objets mathématiques d'un espace vectoriel de dimension 4 de base $(1, \mathbf{i}, \mathbf{j}, \mathbf{k})$. Les grandeurs imaginaires \mathbf{i} , \mathbf{j} et \mathbf{k} vérifient les relations suivantes :

$$\mathbf{i}^2 = \mathbf{j}^2 = \mathbf{k}^2 = \mathbf{ijk} = -1$$

Un quaternion Q est donc défini comme suit :

$$Q = \rho + \lambda \mathbf{i} + \mu \mathbf{j} + \nu \mathbf{k} \quad \text{avec} \quad \rho, \lambda, \mu, \nu \in \mathbb{R}.$$

Il est constitué d'une partie réelle $\rho \in \mathbb{R}$ et d'une vectorielle \underline{V} ($\lambda, \mu, \nu \in \mathbb{R}^3$). Ainsi, un scalaire $\alpha \in \mathbb{R}$ peut s'écrire sous la forme $Q_\alpha = [\alpha, 0]$ et un vecteur $\underline{p} \in \mathbb{R}^3$ sous la forme $Q_p = [0, \underline{p}]$.

Voici quelques propriétés utiles de l'algèbre des quaternions :

Addition : $Q_1 + Q_2 = [\rho_1 + \rho_2, \underline{V}_1 + \underline{V}_2]$ → commutative et associative

Produit : $Q_1 \times Q_2 = [\rho_1 \cdot \rho_2 - \underline{V}_1 \cdot \underline{V}_2, \rho_1 \underline{V}_2 + \rho_2 \underline{V}_1 + \underline{V}_1 \wedge \underline{V}_2]$ → associative, non commutative

Conjugué : $\bar{Q} = [\rho, -\underline{V}]$

Module : $\|Q\|^2 = \sqrt{Q \times \bar{Q}} = \sqrt{\rho^2 + \|\underline{V}\|^2}$

Inverse : $Q^{-1} = \frac{\bar{Q}}{\|Q\|^2}$

Une des propriétés remarquables des quaternions est leur correspondance avec les rotations de \mathbb{R}^3 . Un quaternion Q unitaire a une norme $\|Q\| = 1$, telle que $\|Q\|^2 = \rho^2 + \|\underline{V}\|^2 = 1$. Ainsi, un angle ω et un vecteur unitaire \underline{u} peuvent être introduits tels que $Q = [\cos \omega, \sin \omega \cdot \underline{u}]$. Pour tout quaternion $P[0, \underline{p}]$ associé au vecteur $\underline{p} \in \mathbb{R}^3$, le produit $Q \times P \times Q^{-1}$ transforme le vecteur \underline{p} en un vecteur tourné d'un angle de 2ω autour de l'axe \underline{u} .

→ Un quaternion Q décrit donc une rotation $[2\omega, \underline{u}]$. Ainsi, les quaternions peuvent être également convertis en matrice de rotation et en angles d'Euler. Les calculs de rotation au moyen des quaternions sont beaucoup plus rapides et plus robustes que des calculs avec les matrices de rotation.

Pour les cartographies EBSD spécifiques développées au cours de ma thèse (voir paragraphe § III.5.1), tous les calculs de rotation et d'orientations ont été programmés à l'aide des quaternions, en utilisant la librairie d'orientation Orilib [Quey 2007].

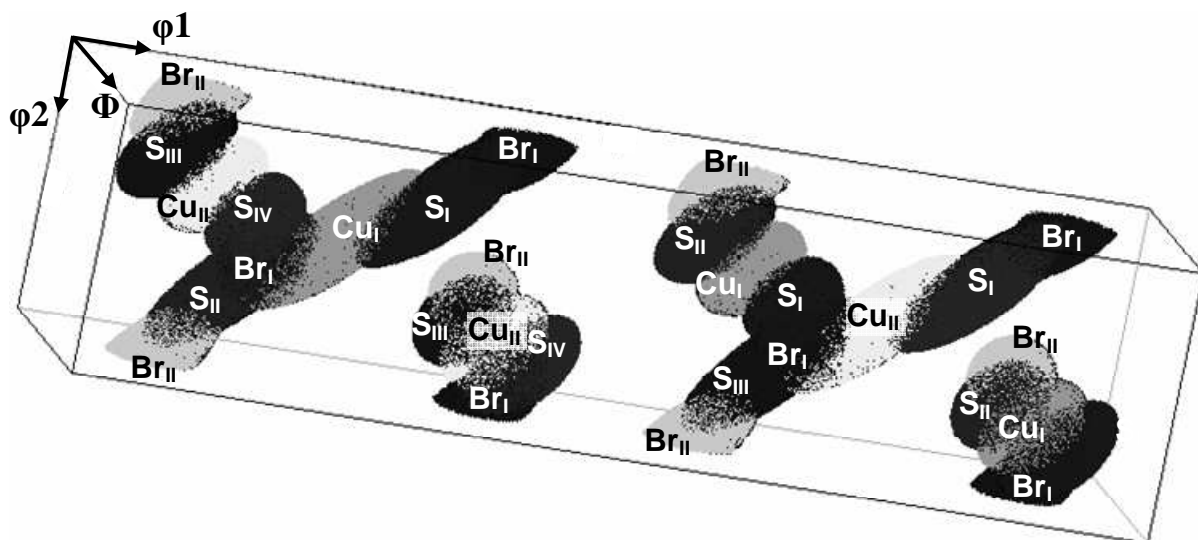
B.5. Textures idéales

Il est d'usage de parler de « texture » pour décrire l'ensemble des orientations désorientées de moins de 15° par rapport à une orientation idéale. Le Tableau B-2 résume les principales textures rencontrées dans les métaux cfc. La texture Cube est la texture typique de recristallisation dans les alliages d'Aluminium et de Cuivre.

En grande déformation, les grains s'orientent selon des orientations préférentielles bien spécifiques, nommées textures de laminage. Pour les métaux et alliages cfc de haute énergie de faute d'empilement tel que l'Aluminium, l'ensemble des textures de laminage est appelé fibre β , caractérisée par les orientations idéales Laiton, Cuivre et S. Le terme de « fibre » provient sûrement du fait que les orientations préférentielles se concentrent en une sorte de continuum d'orientations, comme dans l'espace des angles d'Euler de la Figure B-1. A ces textures de laminage est ajoutée la texture Goss, qui est stable en laminage jusqu'à un taux de déformation d'environ 1,5.

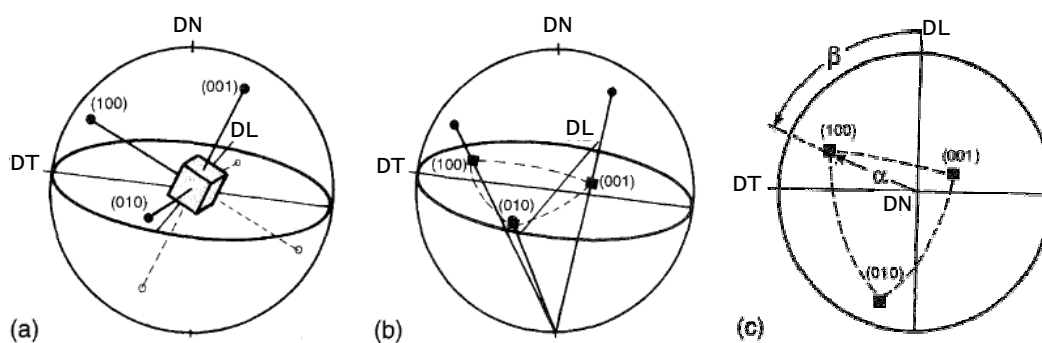
Tableau B-2 : Principales composantes de texture des métaux c.f.c.

Composante de texture	Abréviation	Indices de Miller	Angles d'Euler		
			$\phi 1$	Φ	$\phi 2$
Cube	C	(100)[001]	0	0	0
Laiton	Br_I	(110)[1-12]	54,7	90	45
	Br_{II}	(110)[-112]	125,3	90	45
Cuivre	Cu_I	(21-1)[1-11]	39,2	114,1	63,4
	Cu_{II}	(211)[-111]	140,8	65,9	63,4
S	S_I	(32-1)[4-36]	52,9	105,5	56,3
	S_{II}	(23-1)[-346]	127,1	105,5	33,7
	S_{III}	(321)[-436]	127,1	74,5	56,3
	S_{IV}	(231)[3-46]	52,9	74,5	33,7
Goss	G	{110}<001>	0	45	0
Random	Rd	-	-	-	-



B.6. Figures de pôles

Les figures de pôles sont une représentation graphique des orientations cristallines, sans réduction de l'espace des orientations (i.e. les différentes composantes de texture sont distinguées). La Figure B-2 décrit la construction d'une figure de pôles {100} pour une projection stéréographique sur le plan DL-DT pour une orientation cristalline donnée. En a), les directions normales aux pôles {100} du cristal interceptent l'hémisphère supérieure de la sphère unitaire centrée à l'origine du repère (DL,DT,DN). Ces points d'interception sont projetés stéréographiquement sur la section DL-DT à partir du pôle Sud de la sphère (b). La figure de pôles {100} est alors obtenue (c), caractérisant ainsi l'orientation du cristal.



Dans notre étude, les figures de pôles sont présentées sur la section (DT-DN). Les représentations des orientations idéales sont illustrées dans la Figure B-3.

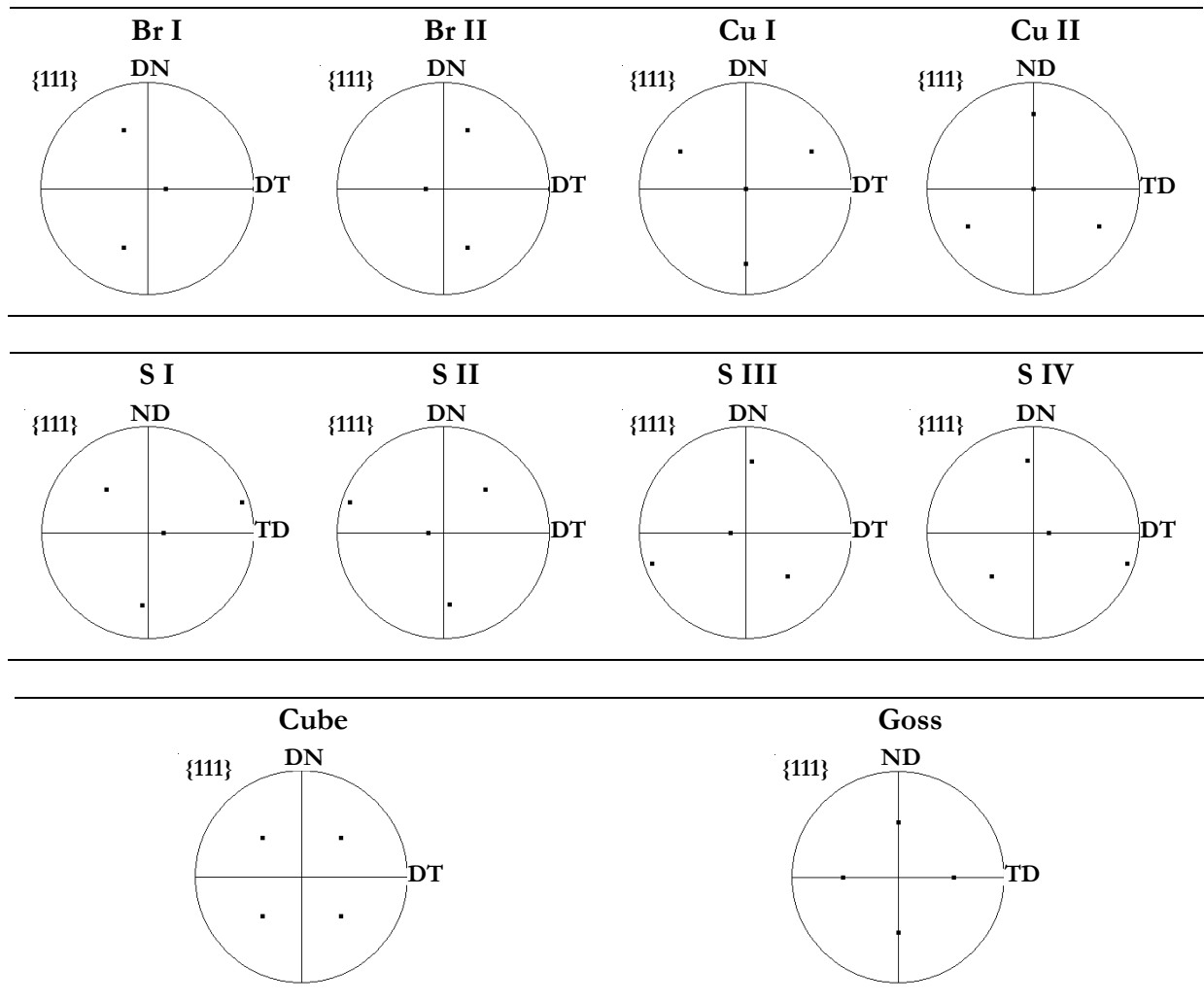


Figure B-3 : Figures de pôles {111} des principales orientations idéales de laminage, en projection stéréographique sur le plan (DT, DN).

Annexe C

Méthode de calcul de la trace des plans

C.1. Repère d'acquisition

L'orientation moyenne en angles d'Euler (φ_1 , Φ , φ_2), calculée par le logiciel Channel 5, est convertie en la matrice de rotation g , correspondant à la rotation du repère d'acquisition dans le microscope (DL_1 , DT_1 , DN_1) au repère du cristal ($[100]$, $[010]$, $[001]$). Les directions $\langle u_1 v_1 w_1 \rangle$ et $\langle h_1 k_1 l_1 \rangle$ sont calculées à partir de la matrice g ; elles correspondent respectivement aux directions cristallographiques DL_1 et DN_1 . Les directions $\langle u_1 v_1 w_1 \rangle$ et

$\langle h_1 k_1 l_1 \rangle$ sont semblables aux indices de Miller, mais les coordonnées ne sont pas nécessairement des nombres entiers.

$$(\varphi_1 \quad \phi \quad \varphi_2) \Rightarrow \begin{pmatrix} u_1/n & (k_1 w_1 - l_1 v_1)/mn & h_1/m \\ v_1/n & (l_1 u_1 - h_1 w_1)/mn & k_1/m \\ w_1/n & (h_1 v_1 - k_1 u_1)/mn & l_1/m \end{pmatrix} \Rightarrow (h_1 \quad k_1 \quad l_1) \langle u_1 \quad v_1 \quad w_1 \rangle$$

Angles d'Euler

Matrice de rotation g

Indices de Miller

C.2. Calcul de la trace des plans {111}

La trace d'un plan cristallographique sur une cartographie EBSD n'est que l'intersection de ce plan avec la section d'analyse (voir Figure C-1). Le produit vectoriel des vecteurs normaux aux deux plans renseigne sur la direction de la trace d'intersection. L'angle α , correspondant à l'inclinaison de la trace par rapport à DL_1 , est donc facilement calculé.

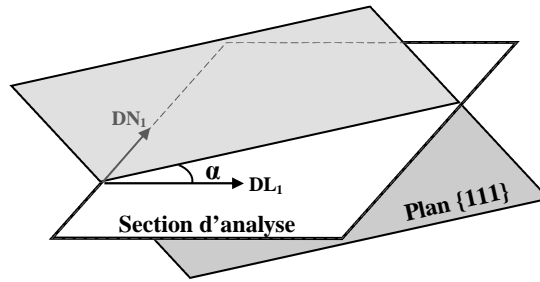


Figure C-1 : Schéma de la trace d'un plan {111} sur une section (DL_1 - DN_1).

B.3. Approximation des plans de cisssion maximale

Seule une approximation de la trace des plans de cisssion maximale n'est possible. Pour cela, une hypothèse est formulée, postulant que l'orientation initiale du monocristal correspond exactement à l'orientation idéale. Ainsi, à partir de l'orientation moyenne calculée sur une cartographie EBSD, on peut retrouver l'orientation initiale idéale $\langle hkl \rangle_{\text{idéal}}$.

Les deux plans de cisssion maximale en Channel Die sont situés à 45° de la direction DL (Figure C-2). Les vecteurs normaux à ces deux plans sont alors définis comme suit :

$$n_1 = \langle hkl \rangle_{\text{idéal}} + \langle uvw \rangle_{\text{idéal}}$$

$$n_2 = \langle hkl \rangle_{\text{idéal}} - \langle uvw \rangle_{\text{idéal}}$$

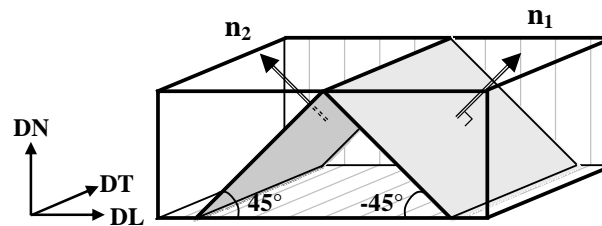


Figure C-2 : Plans de cisssion maximale.

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- [Afrin et al.] - Afrin N., Quadir M.Z., Bassman L., Driver J.H., Albou A., Ferry M., en cours de publication dans Scripta Materialia, *The three dimensional nature of microbands in a channel-die compressed Goss-oriented Ni Single crystal*.
- [Agricolae 1621] - Agricola G., 1621, *De Re Metallica*, Bibliothèque Nationale de France.
- [Akef and Driver 1993] - Akef A., Driver J.H., 1993, *Local textures in deformed and recrystallized Aluminium crystals*, Textures and Microstructures, Vol. 20, pp 141-154
- [Albou et al. 2010-a] - Albou A., Driver J.H., Maurice C., 2010, *Microband evolution during large plastic strains of stable {1 1 0}[1 1 2] Al and Al-Mn crystals*, Acta Materialia, Vol. 58, pp 3022-3034
- [Albou et al. 2010-b] - Albou A., Raveendra S., Karajagikar P., Samajdar I., Driver J.H., Maurice C., 2010, *Direct correlation of deformation microstructures and cube recrystallization nucleation in aluminium*, Scripta Materialia, Vol. 62, pp 469-472
- [Albou et al. 2010-c] - Albou A., Raveendra S., Karajagikar P., Samajdar I., Driver J.H., Maurice C., 2010, *Direct observations of Cube nucleation from intergranular Cube segments in cold rolled Al-Mn*, Conférence Rex&GG4, Sheffield
- [Bacroix et Jonas 1988] - Bacroix B., Jonas J.J., 1988, *The influence of non-octahedral slip on texture development in fcc metals*, Text. and Microstructures, Vol. 8, pp 267-311
- [Barou et al. 2007] - Barou F., Guillotin A., Maurice Cl., Feppon J.M., Driver J.H., 2007, *Boundary Mobilities during Recovery and Recrystallization of Binary Al-Mn alloys*, Materials Science Forum, Vol. 558-559, pp 53-59
- [Barou et al. 2009-a] - Barou F., Maurice C., Feppon J.-M., Driver J.H., 2009, *Sub-grain boundary mobilities during recovery of binary Al-Mn alloys*, Int. J. Mat. Res., Vol. 100, pp 516-521
- [Barou 2009-b] - Barou F., 2009, *Etude de la croissance des sous-grains dans des alliages binaires aluminium-manganèse*, Thèse de doctorat, Ecole des Mines de Saint-Etienne
- [Barou et al. 2010] - Barou F., Maurice C., Feppon J.M., Driver J.H., 2010, *Sub-boundary mobilities during recovery of binary Al-Mn alloys*, Conférence Rex&GG4, Sheffield
- [Basson et al. 1998] - Basson F., Desrayaux C., Girinon A., Montheillet F., Perocheau F., Sauvage C., 1998, *Analyse pratique et théorique des essais de compression*, Rapport du Groupe Etude des Essais de Compression, EMSE, Mai 1998
- [Basson et Driver 2000] - Basson F., Driver J.H., 2000, *Deformation banding mechanisms during plane strain compression of Cube-oriented f.c.c. crystals*, Acta Materialia, Vol. 48, pp 2101-2115

- [Bate et al. 2005] - Bate P.S., Knutsen R.D., Brough I., Humphreys F.J., 2005, *The characterization of low-angle boundaries by EBSD*, Journal of Microscopy, Vol. 220, pp 36-46
- [Bay et al. 1992-a] - Bay B., Hansen N., Hughes D.A., Kuhlmann-Wilsdorf D., 1992, *Evolution of F.C.C. deformation structures in polyslip*, Acta Metall. Mater., Vol. 40, No. 2, pp 205-219
- [Bay et al. 1992-b] - Bay B., Hansen N., Kuhlmann-Wilsdorf D., 1992, *Microstructural evolution in rolled aluminium*, Materials Science and Engineering A, Vol. 158, pp 139-146
- [Bishop and Hill 1951] - Bishop J.F.W., Hill R., 1951, *A theoretical derivation of the plastic properties of a polycrystalline face centred metal*, Philosophical Magazine, Vol. 42, pp 414-427
- [Borbély et al. 2000] - Borbély A., Driver J.H., Ungár T., 2000, *An X-ray method for the determination of stored energies in texture components of deformed metals; Application to cold worked ultra high purity iron*, Acta Materialia, Vol. 48, pp 2005-2016
- [Borbély et Groma 2001] - Borbély A., Groma I., 2001, *Variance method for the evaluation of particle size and dislocation density from X-ray Bragg peaks*, Applied Physics letters, Vol. 79, pp 1772-1774
- [Borbély et al. 2003] - Borbély A., Dragomir-Cernatescu J., Ribárik G., Ungár T., 2003, *Computer program ANIZC for the calculation of diffraction contrast factors of dislocations in elastically anisotropic cubic, hexagonal and trigonal crystals*, J. Appl. Cryst., Vol. 36, pp 160-162
- [Borbély et al. 2006] - Borbély A., Révész, Groma I., 2006, *Momentum method applied to evaluation of size and strain in ball-milled iron*, Z. Kristallogr. Suppl., Vol. 23, pp 87-92
- [Borbély et al. 2007] - Borbély A., Maurice Cl., Piot D., Driver J.H., 2007, *Spatial characterisation of the orientation distributions in a stable plane strain-compressed Cu crystal : A statistical analysis*, Acta Mater., Vol. 55, pp 487-496
- [Caillard et Martin 2009] - Caillard D., Martin J.L., 2009, *Glide of dislocations in non-octahedral planes of fcc metals : a review*, Int. J. Mat. Res., Vol. 100, pp 1403-1410
- [Chang and Duggan 2010] - C.S.T. Chang, B.J. Duggan, 2010, *Relationships between rolled grain shape, deformation bands, microstructures and recrystallization textures in Al-5%Mg*, Acta Mater., Vol. 58, pp 476-489
- [Dillamore and Katoh 1974] - Dillamore I.L., Katoh H., 1974, *The mechanisms of recrystallization in cubic metals with particular reference to their orientation-dependence*, Metal Science, Vol. 8, pp 73-83
- [Driver 1986] - Driver J.H., cours de DEA, Ecole des Mines de Saint-Etienne.
- [Driver et al. 1994] - Driver J.H., Juul Jensen D., Hansen N., 1994, *Large strain deformation structures in Aluminium crystals with rolling texture orientations*, Acta Metall. Mater., Vol. 42, pp 3105-3114
- [Driver 2004] - Driver J.H., 2004, *Stability of nanostructured metals and alloys*, Scripta Materialia, Vol. 51, pp 819-823

- [Duggan et al. 1990]** - Duggan B.J., Sindel M., Köhlhoff G., Lücke K., 1990, *Oriented nucleation, oriented growth and twinning in Cube texture formation*, Acta Metall. Mater., Vol. 38, No. 1, pp 103-111
- [Duggan et al. 1993]** - Duggan B.J., Lücke K., Köhlhoff G., Lee C.S., 1993, *On the origin of Cube texture in Copper*, Acta Metall. Mater., Vol. 41, No. 6, pp 1921-1927
- [Elliott 1965]** - Elliott, 1965, *Constitution of binary Alloys, first Supplement*, Mc Graw W-Hill Book Company, pp 43-44
- [Ferry and Humphreys 1996]** - Ferry M., Humphreys F.J., 1996, *Discontinuous subgrain growth in deformed and annealed $\{110\}<001>$ Aluminium single crystals*, Acta Mater., Vol. 44, No. 4, pp 1293-1308
- [Frost et Ashby 1982]** - Frost H.J., Ashby M.F., 1982, *Deformation-Mechanism Maps*, Pergamon Press.
- [Furu et al. 1995]** - Furu T., Ørsund R., Nes E., 1995, *Subgrain growth in heavily deformed Aluminium – Experimental investigation and modelling treatment*, Acta Metall. Mater., Vol. 43, No. 6, pp 2209-2232
- [Godfrey et al. 1998]** - Godfrey A., Juul Jensen D., Hansen N., 1998, *Slip pattern, microstructure and local crystallography in an aluminium single crystal of brass orientation $\{110\}<112>$* , Acta Mater. Vol. 46, No 3, pp 823-833
- [Guiglionda et al. 2004]** - Guiglionda G., Borbély A., Driver J.H., 2004, *Orientation-dependent stored energies in hot deformed Al-2.5%Mg and their influence on recrystallization*, Acta Materialia, Vol. 52, pp 3413-3423
- [Haessner et Hoffman 1978]** – Haessner F., Hofmann S., 1978, *Recrystallization of Metallic Materials*, Dr Riederer Verlag, Stuttgart 63.
- [Hansen 1958]** - Hansen, 1958, *Constitution of binary Alloys*, Mc Graw W-Hill Book Company, pp 110-113
- [Hansen et al. 2008]** - Hansen N., Huang X., Winther G., 2008, *Grain orientation, deformation microstructure and flow stress*, Mater. Sci. Eng. A, Vol. 494, pp 61-67
- [Havner 2008]** – Havner K.S., 2008, *Investigation of basic crystal hardening inequalities in a range of stable lattice orientations in (110) channel die compression*, Int. J. Plasticity, Vol. 24, pp 74-88
- [Hjelen et al. 1991]** - Hjelen J., Ørsund R., Nes E., 1991, *On the origin of recrystallization textures in Aluminium*, Acta Metall. Mater., Vol. 39, No. 7, pp 1377-1404
- [Hong Zhu et Varma 1990]** - Hong Zhu, Varma S.K., 1990, *Subgrain growth in Nickel during recovery*, Metallurgical Transactions A, Vol. 21A, pp 500-503
- [Huang and Humphreys 1999]** - Huang Y., Humphreys F.J., 1999, *Measurements of grain boundary mobility during recrystallization of a single-phase Aluminium alloy*, Acta Mater., Vol 47, No. 7, pp 2259-2268
- [Huang et al. 2000-a]** - Huang Y., Humphreys F.J., 2000, *Subgrain growth and low angle boundary mobility in Aluminium crystal of orientation $\{110\}<001>$* , Acta Mater., Vol. 48, pp 2017-2030

- [**Huang et al. 2000-b**] - Huang Y., Humphreys F.J, Ferry M., 2000, *The annealing behaviour of deformed cube-oriented Aluminium single crystals*, Acta Mater., Vol. 48, pp 2543-2556
- [**Huang et Winther 2007**] - Huang X., Winther G., 2007, *Dislocation structures. Part I. Grain orientation dependence*, Philosophical Magazine, Vol. 87, No.33, pp 5189-5214
- [**Hull et Bacon 1984**] - Hull D., Bacon D.J., 1984, *Introduction to dislocations*, 3rd edition, International Series on Materials Science and Technology, Pergamon Press, Vol. 37.
- [**Humphreys et Humphreys 1994**] – Humphreys A.O., Humphreys F.J., 1994, Proc. 4th Int. Conf. on Aluminium, Atlanta.
- [**Humphreys et Hatherly 2004**] - Humphreys F.J., Hatherly M., 2004, *Recrystallization and related annealing phenomena*, Second Edition, Elsevier Ltd.
- [**Humphreys et Bate 2006**] - Humphreys F.J., Bate P.S., 2006, *Measuring the alignment of low-angle boundaries formed during deformation*, Acta Mater., Vol. 54, pp 817-829
- [**Humphreys et al. 2007**] - Humphreys F.J., Bate P.S., 2007, *The microstructures of polycrystalline Al-0.1Mg after hot plane strain compression*, Acta Mater., Vol. 55, pp 5630-5645
- [**Hurley et al. 2003-a**] - Hurley P.J., Bate P.S., Humphreys F.J., 2003, *An objective study of substructural boundary alignment in aluminium*, Acta Mater., Vol. 51, pp 4737-4750
- [**Hurley et Humphreys 2003-b**] - Hurley P.J., Humphreys F.J., 2003, *The application of EBSD to the study of substructural development in a cold rolled single-phase aluminium alloy*, Acta Mater., Vol. 51, pp 1087-1102
- [**Hurley et Humphreys 2003-c**] - Hurley P.J., Humphreys F.J., 2003, *Modelling the recrystallization of single-phase aluminium*, Acta Mater., Vol. 51, pp 3779-3793
- [**Kamijo et al. 1991**] - Kamijo T., Fujiwara A., Yoneda Y., Fukutomi H., 1991, *Formation of cube texture in copper single crystals*, Acta Metall. Mater., Vol. 39, pp 1947-1952
- [**Kamijo et al. 1992**] - Kamijo T., Adachihara H., Fukutomi H., Aernoudt E., 1992, *Development of cube texture in Aluminium single crystals of a stable orientation*, Acta Metall. Mater., Vol. 40, pp 693-698
- [**Kuhlmann-Wilsdorf 1999**] - Kuhlmann-Wilsdorf, 1999, *The theory of dislocation-based crystal plasticity*, Philosophical Magazine A, Vol. 79, No. 4, pp 955-1008
- [**Lens 2004**] - Lens A., *Mobilité des joints de grains dans les alliages Al-Mn et Al-Fe-Si*, Thèse de doctorat, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Saint-Etienne
- [**Lens et al. 2005**] - Lens A., Maurice C., Driver J.H., 2005, *Grain boundary mobilities during recrystallization of Al-Mn alloys as measured by in situ annealing experiments*, Mater. Sci. Eng. A, Vol. 403, pp 144-153
- [**Li 1962**] - Li J.C.M., 1962, *Possibility of Subgrain rotation during Recrystallization*, J. Appl. Phys., Vol. 33, pp 2958-2966
- [**Lin et al. 2007**] - Lin F., Godfrey A., Liu Q., 2007, *Grain orientation dependance of extended planar dislocation boundaries in cold-rolled polycrystalline Aluminium*, Key Engineering Materials, Vol. 353-358, pp 711-714

- [Lin et al. 2009] - Lin FX, Godfrey A, Winther G, 2009, *Grain orientation dependence of extended planar dislocation boundaries in rolled aluminium*, Scripta Materialia, Vol. 61, pp 237-240
- [Liu et al. 1998] - Liu Q., Maurice C., Driver J., Hansen N., 1998, *Heterogeneous microstructures and microtextures in Cube-oriented Al crystals after channel die compression*, Metallurgical and Materials Transactions A, Vol. 29A, pp 2333-2344
- [Maurice et Driver 1993] - Maurice C., Driver J.H., 1993, *High temperature plane strain compression of cube oriented aluminium crystals*, Acta Metall. Mater., Vol. 41, pp 1653-1664
- [Maurice 2007] - Maurice Cl., *Orientations, désorientations...*, 2007, cours de Master Recherche, ENSM-SE
- [Mishin et Gottstein 1998] - Mishin O.V., Gottstein G., 1998, *Microstructural aspects of rolling deformation in ultrafine-grained copper*, Philosophical Magazine A, Vol. 78, pp 373-388
- [Molodov et al. 2006] - Molodov D.A., Bhaumik S., Molodova X., Gottstein G., 2006, *Annealing behaviour of cold rolled aluminium alloy in a high magnetic field*, Scripta Materialia, Vol. 54, pp 2161-2164
- [Murr 1975] - Murr L.E., 1975, *Interfacial Phenomena in Metals and Alloys*. Addison-Wesley, Reading, p 131
- [Nes 1995] - Nes E., 1995, *Recovery revisited*, Acta Metall. Mater., Vol. 43, No. 6, pp 2189-2207
- [Nes 1998] - Nes E., 1998, *Modelling work hardening and stress saturation in fcc metals*, Prog. Mat. Sci., Vol. 41, pp 129-193
- [Norestad 1987] - Norestad L., Oscarsson A., Hutchinson B., 1987, *Experimental evidence supporting the Dillamore-Katoch mechanism development of the Cube texture*, Scripta Metallurgica, Vol. 21, pp 491-494
- [Pantleon 1998] - Pantleon W., 1998, *On the statistical origin of disorientations in dislocation structures*, Acta Mater., Vol. 46, No. 2, pp 451-456
- [Pantleon 2004] - Pantleon W., 2004, *Stage IV work-hardening related to disorientations in dislocation structures*, Materials Science and Engineering A 387-389, pp 257-261
- [Paul et al. 2008] - Paul H., Driver J.H., Maurice C., 2008, *3D microstructures and textures of a plane strain compressed {110}<112> Al-0.3%Mn single crystal*, Proc ICOTOM 11, Ceramic Trans., Vol. 201, pp 181-188
- [Quey 2008] - Quey R., 2008, Orilib2, New Orientation Library release (2.0.2.), <<http://sourceforge.net>>
- [Quey 2009] - Quey R., 2009, *Suivi de microtextures dans l'Aluminium en grande deformation à chaud*, Thèse de doctorat, Ecole des Mines de Saint-Etienne
- [Quey et al. 2010] - Quey R., Piot D., Driver J.H., 2010, *Microtexture tracking in hot-deformed polycrystalline aluminium: Experimental results*, Acta Mater., Vol. 58, pp 1629-1642

- [Randle et Engler 2000]** - Randle V., Engler O., 2000, *Introduction to Texture Analysis. Macrotexture, Microtexture and Orientation mapping*, Gordon and Breach Science Publishers
- [Read et Shockley 1950]** - Read W.T., Shockley W., 1950, *Dislocation models of crystal grain boundaries*, Physical Review, Vol. 78, pp 275-289
- [Read 1953]** - Read W.T., 1953, *Dislocations in crystals*, Mc Graw Hill.
- [Ridha and Hutchinson 1982]** - Ridha A.A., Hutchinson W.B., 1982, *Recrystallisation mechanisms and the origin of Cube texture in Copper*, Acta Metall., Vol. 30, pp 1929-1939
- [Rosen et al. 1995]** – Rosen G.I., Juul Jensen D., Hughes D.A., Hansen N., 1995, *Microstructure and local crystallography of cold rolled Aluminium*, Acta Metall. Mater., Vol. 43, pp 2563-2579
- [Ryen et al. 2006]** - Ryen Ø., Nijs O., Sjölander E., Holmedal B., Ekström H-E., Nes E., 2006, *Strengthening Mechanisms in Solid Solution Aluminium Alloys*, Metall. and Mater. Transactions A., Vol. 37A, pp 1999-2006
- [Saetre 1996]** - Saetre T.O., 1996, *Towards three-dimensional modelling of subgrain coalescence*, Text. and Microstructures, Vol 26-27, pp 469-478
- [Sæter et al. 1998]** - Sæter J. A., Forbord B., Vatne H. E., Nes E., 1998, *Modelling recovery and recrystallisation, applied to back-annealing of Aluminium sheet alloys*, Publication of ICAA6
- [Samajdar and Doherty 1995]** - Samajdar I., Doherty R.D., 1995, *Role of $S\{123\}<634>$ orientations in the preferred nucleation of Cube grains in recrystallization of fcc metals*, Scripta Metallurgica et Materialia, Vol. 32, No. 6, pp 845-850
- [Samajdar et al. 1999]** - Samajdar I., Verlinden B., Rabet L., Van Houtte P., 1999, *Recrystallization texture in a cold rolled commercial purity aluminium: on the plausible macro- and micro-mechanisms*, Mater. Sci. Eng. A, Vol. A266, pp 146-154
- [Sandström 1977-a]** - Sandström R., 1977, *On recovery of dislocations in subgrains and subgrain coalescence*, Acta Metall., Vol. 25, pp 897-904
- [Sandström 1977-b]** - Sandström R., 1977, *Subgrain growth occurring by boundary migration*, Acta Metall., Vol. 25, pp 905-911
- [Sandström et al. 1978]** - Sandström R., Lehtinen B., Hedman E., Groza I., Karlsson S., 1978, *Subgrain growth in Al and Al-1%Mn during annealing*, J. Mater. Science, Vol. 13, pp 1229-1242
- [Taylor 1934]** – Taylor G.I., 1934, *The mechanism of plastic deformation of crystals*, Proc. R. Soc. Lond., Vol. 145, pp 362-404
- [Taylor 1938]** - Taylor G.I., 1938, *Plastic strain in metals*, J. Inst. Metals, Vol 62, pp 307-324
- [Theyssier et al. 1995]** - Theyssier M.C, Chenal B., Driver J.H., Hansen N., 1995, *Mosaic dislocation structures in aluminium crystals deformed in multiple slip at 0.5 to 0.8T_M*, Phys. Stat. Sol. (a), Vol. 149, pp 367-378

- [Theyssier et Driver 1999]** - Theyssier M.C., Driver J.H., 1999, *Recrystallization nucleation mechanism along boundaries in hot deformed Al bicrystals*, Mat. Sci. Eng. A, Vol. 272, pp 73-82
- [Ungár et al. 2001]** – Ungár T., Gubicza J., Ribárik G., Borbély A., 2001, *Crystallite size distribution and dislocation structure determined by diffraction profile analysis [...]*, J. Appl. Cryst., Vol. 34, pp 298-310
- [Vandermeer et Hansen 2008]** - Vandermeer R.A., Hansen N., 2008, *Recovery kinetics of nanostructured aluminium: Model and experiment*, Acta Materialia, Vol. 56, pp 5719-5727
- [Van Boxel et al. 2005]** - Van Boxel S., Seefeldt M., Verlinden B., Van Houtte P., 2005, *Visualization of grain subdivision by analysing the misorientations within a grain using electron backscatter diffraction*, Journal of Microscopy, Vol. 218, pp 104-114
- [Verlinden et al. 2007]** - Verlinden B., Driver J.H., Samajdar I., Doherty R., 2007, *Thermo-mechanical processing of metallic materials*, Pergamon Materials Series, Elsevier Ltd.
- [Verdier 1996]** - Verdier M., 1996, *Restauration dans des alliages aluminium-magnésium*, Thèse de doctorat, Institut National Polytechnique Grenoble (ENSEEG)
- [Xing et al. 2006]** - Xing Q., Huang X., Hansen N., 2006, *Recovery of heavily cold-rolled Aluminium: Effect of local texture*, Metall. and Mater. Transactions A, Vol 37A, pp 1311-1322
- [William et Fricke 1972]** - William G., Fricke W.G., 1972, *Correlation between frequency factor and activation energy for diffusion in aluminium*, Scripta Met., Vol 6, p 1139
- [Winther et al. 2000]** - Winther G., Huang X., Hansen N., 2000, *Crystallographic and macroscopic orientation of planar dislocation boundaries - Correlation with grain orientation*, Acta Mater., Vol. 48, pp 2187-2198
- [Winther 2003]** - Winther G., 2003, *Slip pattern and preferred dislocation boundary planes*, Acta Mater., Vol. 51, pp 417-429
- [Winther et al. 2004]** - Winther G., Huang X., Godfrey A., Hansen N., 2004, *Critical comparison of dislocation boundary alignment studied by TEM and EBSD: technical issues and theoretical consequences*, Acta Mater., Vol. 52, pp 4437-4446
- [Winther and Huang 2007]** - Winther G., Huang X., 2007, *Part II. Slip system dependence*, Philosophical Magazine, Vol. 87, No. 33, pp 5215-5235
- [Zaefferer et al. 2001]** - Zaefferer S., Baudin T., Penelle R., 2001, *A study on the formation mechanisms of the Cube recrystallization texture in cold rolled Fe-36%Ni alloys*, Acta Mater., Vol. 49, pp 1105-1122